

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-165799

(P2003-165799A)

(43) 公開日 平成15年6月10日 (2003.6.10)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームト <sup>*</sup> (参考)
C 3 0 B 29/38		C 3 0 B 29/38	D 4 G 0 7 7
H 0 1 L 21/205		H 0 1 L 21/205	5 F 0 4 1
33/00		33/00	C 5 F 0 4 5
H 0 1 S 5/323	6 1 0	H 0 1 S 5/323	6 1 0 5 F 0 7 3

審査請求 未請求 請求項の数115 O L (全 47 頁)

(21) 出願番号	特願2002-230925(P2002-230925)	(71) 出願人	000002130 住友電気工業株式会社 大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号
(22) 出願日	平成14年8月8日(2002.8.8)	(72) 発明者	元木 健作 兵庫県伊丹市星陽北一丁目1番1号住友電気工業株式会社伊丹製作所内
(31) 優先権主張番号	特願2001-284323(P2001-284323)	(72) 発明者	岡久 拓司 兵庫県伊丹市星陽北一丁目1番1号住友電気工業株式会社伊丹製作所内
(32) 優先日	平成13年9月19日(2001.9.19)	(74) 代理人	100079887 弁理士 川瀬 茂樹
(33) 優先権主張国	日本 ( J P )		

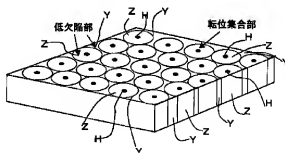
最終頁に続く

## (54) 【発明の名称】 単結晶窒化ガリウム基板およびその成長方法並びにその製造方法

## (57) 【要約】

【課題】 ファセットを形成し維持しながら窒化ガリウムを成長させるファセット成長法では、ファセット面からなるビット中央部から転位がモヤモヤと広がり、面状欠陥が放射状に生成されるという欠点があった。またどこにビットができるのか制御不可能であったのでその上にデバイスを設計することができなかった。それらの難点を克服すること。

【解決手段】 下地基板の上に規則正しく種パターンを設けてその上にファセットよりなるビットを形成し維持しながら G a N をファセット成長させファセット面よりなるビット底部に閉鎖欠陥集合領域 H を形成しそこへ転位を集めてその周囲の単結晶低転位隣接領域 Z と単結晶低転位余領域 Y を低転位化する。閉鎖欠陥集合領域 H は閉じているので、転位を閉じ込め再び解き放つということがない。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 窒化ガリウム基板であって、基板表面において、基板面を貫通して伸びる多数の欠陥の集合した芯 S を内部に含み結晶粒界 K により区別される閉じた領域である閉鎖欠陥集合領域 H と、閉鎖欠陥集合領域 H に随伴しその周囲に形成された単結晶低転位隣伴領域 Z と、単結晶低転位隣伴領域 Z の外部に存在し同一の結晶方位を有する単結晶低転位余領域 Y とを有することを特徴とする単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項 2】 窒化ガリウム基板であって、基板表面において、基板面を貫通して伸びる多数の欠陥の集合した芯 S を内部に含み結晶粒界 K により区別される閉じた領域である閉鎖欠陥集合領域 H と、それに随伴し周囲に形成された単結晶低転位隣伴領域 Z と、その外部に存在し同一の結晶方位を持つ単結晶低転位余領域 Y からなる基本組織体を一単位とし、複数の基本組織体の組み合わせによって構成されることを特徴とする単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項 3】 閉鎖欠陥集合領域 H は多結晶となっており、単結晶低転位隣伴領域 Z と単結晶低転位余領域 Y は全て単一の単結晶であることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項 4】 閉鎖欠陥集合領域 H は、周囲の単結晶低転位隣伴領域 Z、単結晶低転位余領域 Y とは、異なる結晶方位を有する一個以上の結晶粒からなることを特徴とする請求項 1 または 3 に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項 5】 閉鎖欠陥集合領域 H は、周囲の単結晶低転位隣伴領域 Z、単結晶低転位余領域 Y と  $<0001>$  方向のみ一致するが、異なる結晶方位を有する、一個以上の結晶粒からなる事を特徴とする請求項 1～3 のいずれかに記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項 6】 閉鎖欠陥集合領域 H は、周囲の単結晶低転位隣伴領域 Z および単結晶低転位余領域 Y とは、結晶方位が、 $<0001>$  方向のみが  $180^\circ$  逆転し、極性が反転している単結晶からなることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項 7】 閉鎖欠陥集合領域 H は、周囲の単結晶低転位隣伴領域 Z、単結晶低転位余領域 Y とは、結晶方位が、 $<0001>$  方向が  $180^\circ$  逆転し、極性が反転している結晶方位を持つ一個以上の結晶粒からなることを特徴とする請求項 1～3 のいずれかに記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項 8】 閉鎖欠陥集合領域 H は、周囲の単結晶低転位隣伴領域 Z とは面状欠陥によって仕切られた一個以上の結晶粒からなることを特徴とする請求項 1～3 のいずれかに記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項 9】 閉鎖欠陥集合領域 H は、周囲の単結晶低転位隣伴領域 Z とは線状欠陥の集合体によって仕切られた一個以上の結晶粒からなることを特徴とする請求項 1

～3 のいずれかに記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項 10】 閉鎖欠陥集合領域 H は、周囲の単結晶低転位隣伴領域 Z とは面状欠陥によって仕切られ、周囲の単結晶低転位隣伴領域 Z と同一の結晶方位をもつ単結晶領域であることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項 11】 閉鎖欠陥集合領域 H は、周囲の単結晶低転位隣伴領域 Z とは線状欠陥の集合体によって仕切られ、周囲の単結晶低転位隣伴領域 Z と同一の結晶方位をもつ単結晶領域であることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項 12】 閉鎖欠陥集合領域 H は、周囲の単結晶低転位隣伴領域 Z とは面状欠陥によって仕切られ、内部に結晶欠陥を含む結晶領域であることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項 13】 閉鎖欠陥集合領域 H は、周囲の単結晶低転位隣伴領域 Z とは線状欠陥の集合によって仕切られ、内部に結晶欠陥を含む結晶領域であることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項 14】 閉鎖欠陥集合領域 H は、周囲の単結晶低転位隣伴領域 Z、単結晶低転位余領域 Y の結晶方位に対し僅かに傾斜した結晶方位を有する 1 個以上の結晶粒からなることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項 15】 閉鎖欠陥集合領域 H に含まれる結晶欠陥は、線状欠陥あるいは面状欠陥であることを特徴とする請求項 1、2、12、13 の何れかに記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項 16】 閉鎖欠陥集合領域 H の直径が  $1\mu\text{m} \sim 200\mu\text{m}$  であって、基板表面において点状に離隔分布していることを特徴とする請求項 2 に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項 17】 閉鎖欠陥集合領域 H の直径が  $20\mu\text{m} \sim 70\mu\text{m}$  であって、基板表面において点状に離隔分布している事を特徴とする請求項 2 に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項 18】 基板表面において、閉鎖欠陥集合領域 H の形状が不定形であることを特徴とする請求項 16 または 17 に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項 19】 基板表面において、閉鎖欠陥集合領域 H の形状が円形であることを特徴とする請求項 16 または 17 に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項 20】 基板表面において、閉鎖欠陥集合領域 H の形状が多角形であることを特徴とする請求項 16 または 17 に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項 21】 単結晶低転位余領域 Y および単結晶低転位隣伴領域 Z における平均の貫通転位密度が  $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$  以下であることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項22】 単結晶低転位随伴領域Zにおいて、閉鎖欠陥集合領域Hの近傍30 $\mu\text{m}$ の領域で、やや貫通転位密度が高く、 $3 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ 以下であることを特徴とする請求項1または2に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項23】 単結晶低転位余領域Yおよび単結晶低転位随伴領域Zにおける貫通転位密度が、閉鎖欠陥集合領域Hから離隔するに従って減少してゆくことを特徴とする請求項1または2に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項24】 表面が(0001)面であることを特徴とする請求項1または2に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項25】 閉鎖欠陥集合領域H以外の領域の表面が(0001)面であり、閉鎖欠陥集合領域Hのみ表面が(0001)面であることを特徴とする請求項1、2、6、7のいずれかに記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項26】 閉鎖欠陥集合領域H以外の領域の表面がGa面であり、閉鎖欠陥集合領域Hのみ表面の極性が異なり、窒素面であることを特徴とする請求項1、2、6、7のいずれかに記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項27】 閉鎖欠陥集合領域H以外の領域に対し、閉鎖欠陥集合領域Hのみ表面にやや段差を有し低くなっていることを特徴とする請求項25または26に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項28】 単結晶低転位随伴領域Zにおいて、大部分の転位がC面に平行に伸びていることを特徴とする請求項1または2に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項29】 基板結晶内部において、閉鎖欠陥集合領域Hがc軸方向に垂直に伸びていることを特徴とする請求項1または2に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項30】 基板結晶内部において、閉鎖欠陥集合領域Hが基板表面に垂直に伸びていることを特徴とする請求項1または2に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項31】 研削加工によって表面を(0001)面としたことを特徴とする請求項24に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項32】 中心の閉鎖欠陥集合領域Hとそれを囲む単結晶低転位随伴領域Zとそれを囲む単結晶低転位余領域Yよりなる基本組織体Qを、周期性をもって規則正しく基板表面に配置させたことを特徴とする請求項2に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項33】 中心の閉鎖欠陥集合領域Hとそれを囲む単結晶低転位随伴領域Zとそれを囲む単結晶低転位余領域Yよりなる基本組織体Qを、周期性をもって規則正しく基板表面に配置させるにあたり、二次元的に最稠密配列になるよう、同一寸法の正三角形の繰り返しからなる6回対称性をもつ6回対称配列パターンの正三角形の頂点に閉鎖欠陥集合領域Hが合致するように、基本組織

10

体Qを基板表面に配置させたことを特徴とする請求項32に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項34】 中心の閉鎖欠陥集合領域Hとそれを囲む単結晶低転位随伴領域Zとそれを囲む単結晶低転位余領域Yよりなる基本組織体Qを、周期性をもって規則正しく基板表面に配置させるにあたり、閉鎖欠陥集合領域Hが最も短いピッチで周期的に並ぶ方向つまり六回対称配列パターンの正三角形の辺の方向が、 $\langle 1-100 \rangle$ 方位である事を特徴とする請求項33に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項35】 中心の閉鎖欠陥集合領域Hとそれを囲む単結晶低転位随伴領域Zとそれを囲む単結晶低転位余領域Yよりなる基本組織体Qを、周期性をもって規則正しく基板表面に配置させるにあたり、閉鎖欠陥集合領域Hが最も短いピッチで周期的に並ぶ方向つまり六回対称配列パターンの正三角形の辺の方向が、 $\langle 1-120 \rangle$ 方位である事を特徴とする請求項33に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項36】 中心の閉鎖欠陥集合領域Hとそれを囲む単結晶低転位随伴領域Zとそれを囲む単結晶低転位余領域Yよりなる基本組織体Qを、周期性をもって規則正しく基板表面に配置させるにあたり、同一寸法の正四角形の繰り返しからなる4回対称性をもつ4回対称配列パターンの正四角形の頂点に閉鎖欠陥集合領域Hが合致するように、基本組織体を基板表面に配置させたことを特徴とする請求項32に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項37】 閉鎖欠陥集合領域Hが最も短いピッチで周期的に並ぶ方向つまり四回対称配列パターンの正四角形の辺の方向が、 $\langle 1-100 \rangle$ 方位である事を特徴とする請求項36に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項38】 四回対称配列パターンの正四角形の対角線の方向が、 $\langle 1-100 \rangle$ 方位である事を特徴とする請求項36に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項39】 同一寸法の長方形或いは菱型の繰り返しからなる2回対称性をもつ2回対称配列パターンの長方形或いは菱型の頂点に閉鎖欠陥集合領域Hが合致するように、基本組織体を基板表面に配置させたことを特徴とする請求項2に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項40】 閉鎖欠陥集合領域Hが最も短いピッチで周期的に並ぶ方向つまり二回対称配列パターンの長方形の短辺或いは菱形の短対角線の方向が、 $\langle 1-100 \rangle$ 方位である事を特徴とする請求項39に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項41】 閉鎖欠陥集合領域Hが最も短いピッチで周期的に並ぶ方向つまり二回対称配列パターンの長方形の短辺或いは菱形の短対角線の方向が、 $\langle 1-120 \rangle$ 方位である事を特徴とする請求項39に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項42】 基本組織体が規則正しく配列された基板表面において、隣接する閉鎖欠陥集合領域Hの最短距

50

離し  $50\mu\text{m} \sim 2000\mu\text{m}$  であることを特徴とする請求項 3 2 ～ 4 1 の何れかに記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項 4 3】 閉鎖欠陥集合領域 H は基板結晶内部において c 軸方向に伸びており、基板結晶内部を貫通していることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項 4 4】 閉鎖欠陥集合領域 H は基板結晶内部において、基板表面に垂直に伸びており、基板結晶内部を貫通していることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【請求項 4 5】 下地基板の上に気相成長法によって窒化ガリウム結晶を成長させる窒化ガリウム結晶成長において、下地基板面と垂直の方向に伸びる多数の欠陥の集合した芯 S とそれを包囲する結晶粒界 K からなる閉じた空間である閉鎖欠陥集合領域 H と、閉鎖欠陥集合領域 H の周囲に隣接する単結晶である単結晶低転位隣伴領域 Z と、単結晶低転位隣伴領域 Z の外周に存在し同じ結晶方位を有する単結晶低転位余領域 Y とを保持しながら結晶成長させ、閉鎖欠陥集合領域 H と単結晶低転位隣伴領域 Z の境界面にできる結晶粒界 K を、単結晶低転位余領域 Y、単結晶低転位隣伴領域 Z から伸びてきた転位の消滅場所あるいは蓄積場所として成長させることによって単結晶の転位を低減する事の特徴とする単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 4 6】 下地基板の上に気相成長法によって窒化ガリウム結晶を成長させる窒化ガリウム結晶成長において、下地基板面と垂直の方向に伸びる多数の欠陥の集合した芯 S とそれを包囲する結晶粒界 K からなる閉じた空間である閉鎖欠陥集合領域 H と、閉鎖欠陥集合領域 H の周囲に隣接する単結晶である単結晶低転位隣伴領域 Z と、単結晶低転位隣伴領域 Z の外周に存在し同じ結晶方位を有する単結晶低転位余領域 Y とを保持しながら結晶成長させ、閉鎖欠陥集合領域 H と単結晶低転位隣伴領域 Z の境界面にできる結晶粒界 K と閉鎖欠陥集合領域 H 内部の芯 S を、単結晶低転位余領域 Y、単結晶低転位隣伴領域 Z から伸びてきた転位の消滅場所あるいは蓄積場所として成長させることによって単結晶の転位を低減する事の特徴とする単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 4 7】 結晶成長表面にフASET面からなるビットを形成し、ビットの底部に閉鎖欠陥集合領域 H を連続して成長させ、閉鎖欠陥集合領域 H の周囲の単結晶低転位隣伴領域 Z と単結晶低転位余領域 Y の転位を引き込み消滅あるいは蓄積することによって単結晶低転位隣伴領域 Z と単結晶低転位余領域 Y の転位を低減する事の特徴とする請求項 4 5 又は 4 6 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 4 8】 結晶成長とともにフASET面からなるビットが上昇したあとに形成されてゆく閉鎖欠陥集合領域 H の芯 S は多結晶であり、その周囲に隣接する単結

晶低転位隣伴領域 Z とその外部にある単結晶低転位余領域 Y は同一方位の単結晶であることを特徴とする請求項 4 5 ～ 4 7 の何れかに記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 4 9】 単結晶低転位隣伴領域 Z とその外部にある単結晶低転位余領域 Y は同一方位の単結晶であり、閉鎖欠陥集合領域 H の芯 S は単結晶低転位隣伴領域 Z や単結晶低転位余領域 Y とは異なる結晶方位を有する一個以上の結晶粒からなることを特徴とする請求項 4 5 ～ 4 7 の何れかに記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 5 0】 単結晶低転位隣伴領域 Z とその外部にある単結晶低転位余領域 Y は同一方位の単結晶であり、閉鎖欠陥集合領域 H の芯 S は単結晶低転位隣伴領域 Z や単結晶低転位余領域 Y と  $<0001>$  軸のみ一致しその他の方位が異なる結晶方位を有する一個以上の結晶粒からなることを特徴とする請求項 4 5 ～ 4 7 の何れかに記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 5 1】 単結晶低転位隣伴領域 Z とその外部にある単結晶低転位余領域 Y は同一方位の単結晶であり、閉鎖欠陥集合領域 H は、単結晶低転位隣伴領域 Z や単結晶低転位余領域 Y とは  $<0001>$  方向のみが  $180^\circ$  逆転し、極性が反転している単結晶であることを特徴とする請求項 4 5 ～ 4 7 の何れかに記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 5 2】 単結晶低転位隣伴領域 Z とその外部にある単結晶低転位余領域 Y は同一方位の単結晶であり、閉鎖欠陥集合領域 H は、単結晶低転位隣伴領域 Z や単結晶低転位余領域 Y とは  $<0001>$  方向が  $180^\circ$  逆転し、極性が反転している一個以上の結晶粒からなることを特徴とする請求項 4 5 ～ 4 7 の何れかに記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 5 3】 単結晶低転位隣伴領域 Z とその外部にある単結晶低転位余領域 Y は同一方位の単結晶であり、閉鎖欠陥集合領域 H の芯 S は 1 個以上の結晶粒からなり、芯 S を包囲する結晶粒界 K は面状欠陥であることを特徴とする請求項 4 5 ～ 4 7 の何れかに記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 5 4】 単結晶低転位隣伴領域 Z とその外部にある単結晶低転位余領域 Y は同一方位の単結晶であり、閉鎖欠陥集合領域 H の芯 S は 1 個以上の結晶粒からなり、芯 S を包囲する結晶粒界 K は線状欠陥の集合体であることを特徴とする請求項 4 5 ～ 4 7 の何れかに記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 5 5】 単結晶低転位隣伴領域 Z とその外部にある単結晶低転位余領域 Y は同一方位の単結晶であり、閉鎖欠陥集合領域 H の芯 S は単結晶低転位隣伴領域 Z や単結晶低転位余領域 Y と同一の結晶方位をもつ単結晶であり、芯 S を包囲する結晶粒界 K は面状欠陥であることを特徴とする請求項 4 5 ～ 4 7 の何れかに記載の単結晶

窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 5 6】 単結晶低転位隣伴領域 Z とその外部にある単結晶低転位余領域 Y は同一方位の単結晶であり、閉鎖欠陥集合領域 H の芯 S は単結晶低転位隣伴領域 Z や単結晶低転位余領域 Y と同一の結晶方位をもつ単結晶であり、芯 S を包囲する結晶粒界 K は線状欠陥の集合体であることを特徴とする請求項 4 5 ~ 4 7 の何れかに記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 5 7】 単結晶低転位隣伴領域 Z とその外部にある単結晶低転位余領域 Y は同一方位の単結晶であり、閉鎖欠陥集合領域 H の芯 S は結晶欠陥を含む結晶領域であり、芯 S を包囲する結晶粒界は面状欠陥であることを特徴とする請求項 4 5 ~ 4 7 の何れかに記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 5 8】 単結晶低転位隣伴領域 Z とその外部にある単結晶低転位余領域 Y は同一方位の単結晶であり、閉鎖欠陥集合領域 H の芯 S は結晶欠陥を含む結晶領域であり、芯 S を包囲する結晶粒界は線状欠陥の集合体であることを特徴とする請求項 4 5 ~ 4 7 の何れかに記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 5 9】 単結晶低転位隣伴領域 Z とその外部にある単結晶低転位余領域 Y は同一方位の単結晶であり、閉鎖欠陥集合領域 H の芯 S は前記単結晶から僅かに傾斜した方位をもつ 1 個以上の結晶粒からなることを特徴とする請求項 4 5 ~ 4 7 の何れかに記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 6 0】 閉鎖欠陥集合領域 H の芯 S をなす結晶領域の結晶欠陥は線状欠陥あるいは面状欠陥であることを特徴とする請求項 5 7 または 5 8 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 6 1】 単結晶低転位余領域 Y および単結晶低転位隣伴領域 Z における平均的な結晶成長の方向が c 軸方向であることを特徴とする請求項 4 5 ~ 4 7 の何れかに記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 6 2】 ファセット面からなるビットが逆六角錐状あるいは逆十二角錐状であることを特徴とする請求項 6 1 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 6 3】 ファセット面からなるビットが、側面の角度の異なる 2 段重ねの逆六角錐あるいは側面の角度の異なる 2 段重ねの逆十二角錐であることを特徴とする請求項 6 1 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 6 4】 ビットを形成するファセット面の面指数が  $\{k-k-2kn\}$  面および  $\{k-kOn\}$  面 ( $k, n$  は整数) であることを特徴とする請求項 6 1 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 6 5】 ビットを形成するファセット面の面指数が  $\{1-1-2-2\}$  面および  $\{1-101\}$  面であることを特徴とする請求項 6 4 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 6 6】 ファセット面からなるビット底に続く閉鎖欠陥集合領域 H はビットを形成するファセット面とは面指数が異なる表面を維持して成長することを特徴とする請求項 4 5 ~ 4 7 の何れかに記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 6 7】 ファセット面からなるビット底に続く閉鎖欠陥集合領域 H はビットを形成するファセット面とは面指数が異なり、傾斜角のより小さい面方位を表面として成長することを特徴とする請求項 4 5 ~ 4 7 の何れかに記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 6 8】 ファセット面からなるビット底に続く閉鎖欠陥集合領域 H は、単結晶低転位隣伴領域 Z や単結晶低転位余領域 Y とは  $\langle 0001 \rangle$  方向のみが  $180^\circ$  逆転し、極性が反転しており、かつ、傾斜角のより小さい面方位を表面として成長することを特徴とする請求項 4 5 ~ 4 7 の何れかに記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 6 9】 ファセット面からなるビット底に続く閉鎖欠陥集合領域 H は、単結晶低転位隣伴領域 Z や単結晶低転位余領域 Y とは  $\langle 0001 \rangle$  方向のみが  $180^\circ$  逆転し、極性が反転しており、かつ、傾斜角がより小さい面方位であり、その面方位は、 $\{11-2-4\}$ 、 $\{11-2-5\}$ 、 $\{11-2-6\}$ 、 $\{1-10-2\}$ 、 $\{1-10-3\}$ 、 $\{1-10-4\}$  からなることを特徴とする請求項 4 5 ~ 4 7 の何れかに記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 7 0】 ファセット面からなるビット底に続く閉鎖欠陥集合領域 H の境界は、ビットを形成するファセット面より角度が小さい面方位の境界面であることを特徴とする請求項 6 7 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 7 1】 ファセット面からなるビット底に続く閉鎖欠陥集合領域 H は、単結晶低転位隣伴領域 Z や単結晶低転位余領域 Y とは  $\langle 0001 \rangle$  方向のみが  $180^\circ$  逆転し、極性が反転しており、その境界は、ビットを形成するファセット面とそれより角度が小さい面との境界線に一致することを特徴とする請求項 6 8 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 7 2】 ファセット面からなるビット底に続く閉鎖欠陥集合領域 H が、点状に集中して存在しながら成長することを特徴とする請求項 6 1 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 7 3】 ファセット面からなるビット底に続く閉鎖欠陥集合領域 H が  $1\mu\text{m} \sim 200\mu\text{m}$  の直径を維持しながら成長することを特徴とする請求項 4 7 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 7 4】 ファセット面からなるビット底に続く閉鎖欠陥集合領域 H の横断面の形状が不定形であることを特徴とする請求項 4 7 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 7 5】 ファセット面からなるビット底にある閉鎖欠陥集合領域 H の横断面の形状が円形または角型であることを特徴とする請求項 4 7 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 7 6】 ファセット面からなるビット底に続く閉鎖欠陥集合領域 H が成長とともにビット底に引き続き形成され、その結果 c 軸方向に伸びた形で存在することを特徴とする請求項 6 1 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 7 7】 ファセット面からなるビット底にある閉鎖欠陥集合領域 H と周りの単結晶低転位随伴領域 Z との境界の結晶粒界 K が、単結晶低転位随伴領域 Z から閉鎖欠陥集合領域 H へ向かって C 面に平行に伸びて来た転位を集め、転位を蓄積あるいは消滅させることによって、転位を低減することを特徴とする請求項 6 1 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 7 8】 C 面から傾いたファセット面からなるビットにおいて、ファセット面の結晶成長とともに、転位を C 面に平行に、ビット中央の閉鎖欠陥集合領域 H へ向かって伸びることにより貫通転位を低減する事を特徴とする請求項 6 1 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 7 9】 ファセット面の集合からなり中央底部に閉鎖欠陥集合領域 H を有するビットを複数個、結晶成長時の表面上、規則正しく配列させて結晶成長させることを特徴とする請求項 4 7 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 8 0】 ファセット面の集合からなり中央底部に閉鎖欠陥集合領域 H を有するビットを複数個、結晶成長時の表面上、規則正しく配列させるに当たり、6 回対称に、すなわち同一寸法の正三角形の集合を想定し正三角形の頂点に閉鎖欠陥集合領域 H が位置するようにビットを配列させて結晶成長させることを特徴とする請求項 7 9 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 8 1】 ファセット面の集合からなり中央底部に閉鎖欠陥集合領域 H を有するビットを複数個、結晶成長時の表面上、規則正しく配列させるに当たり、4 回対称に、すなわち同一寸法の正方形の集合を想定し正方形の頂点に閉鎖欠陥集合領域 H が位置するようにビットを配列させて結晶成長させることを特徴とする請求項 7 9 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 8 2】 ファセット面の集合からなり中央底部に閉鎖欠陥集合領域 H を有するビットを複数個、結晶成長時の表面上、規則正しく配列させるに当たり、2 回対称に、すなわち同一寸法の長方形の集合を想定し長方形の頂点に閉鎖欠陥集合領域 H が位置するようビットを配列させて結晶成長させることを特徴とする請求項 7 9 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 8 3】 ファセット面の集合からなり中央底部に閉鎖欠陥集合領域 H を有するビットを複数個、結晶成

長時の表面上、規則正しく配列させるに当たり、それらのビット間の最短距離が、中心間距離で  $50\ \mu\text{m} \sim 2000\ \mu\text{m}$  である事を特徴とする請求項 7 9 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 8 4】 ファセット面の集合からなるビット中央部の閉鎖欠陥集合領域 H の形成においては、閉鎖欠陥集合領域 H を生じさせる種を下地基板上に設け、基板の上に窒化ガリウムを結晶成長させ、種の上には閉鎖欠陥集合領域 H を形成し、種以外のビットファセット面に続く部分には単結晶低転位随伴領域 Z を形成し、隣接ビットとの間の C 面成長する部分には単結晶低転位余領域 Y を成長させるようにし、かつビット中央位置を、下地基板に設けた種の位置に合致させることを特徴とする請求項 4 7 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 8 5】 ファセット面の集合からなるビット中央部の閉鎖欠陥集合領域 H の形成においては、閉鎖欠陥集合領域 H を生じさせる種を下地基板上に設け、種を有する基板の上に窒化ガリウムを結晶成長させ、種の上にはビットのファセット面とは面指数が異なるより浅い傾斜角の面を成長させることによって閉鎖欠陥集合領域 H を形成することを特徴とする請求項 8 4 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 8 6】 多結晶或いは非晶質薄膜を、閉鎖欠陥集合領域 H の種として下地基板上に配置することを特徴とする請求項 8 4 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 8 7】 所定の形状にパターンニングした多結晶或いは非晶質薄膜を、閉鎖欠陥集合領域 H の種として下地基板上に配置することを特徴とする請求項 8 6 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 8 8】 円形或いは多角形にパターンニングした多結晶或いは非晶質薄膜を、閉鎖欠陥集合領域 H の種として下地基板上に配置することを特徴とする請求項 8 7 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 8 9】 直径が  $1\ \mu\text{m} \sim 3000\ \mu\text{m}$  の円形或いは多角形にパターンニングした多結晶或いは非晶質薄膜を、閉鎖欠陥集合領域 H の種として下地基板上に配置することを特徴とする請求項 8 8 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 9 0】  $\text{SiO}_2$  薄膜又は  $\text{Si}_3\text{N}_4$  薄膜を、閉鎖欠陥集合領域 H の種として下地基板上に配置することを特徴とする請求項 8 6 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 9 1】 プラチナ (Pt) 薄膜を、閉鎖欠陥集合領域 H の種として下地基板上に配置することを特徴とする請求項 8 6 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 9 2】 タングステン (W) 薄膜を、閉鎖欠陥集合領域 H の種として下地基板上に配置することを特徴とする請求項 8 6 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成

長方法。

【請求項93】 GaN多結晶粒子を、閉鎖欠陥集合領域Hの種として下地基板上に配置することを特徴とする請求項84に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項94】 GaN単結晶粒子を、閉鎖欠陥集合領域Hの種として下地基板上に配置することを特徴とする請求項84に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項95】 GaN以外の異種材料の単結晶面を、閉鎖欠陥集合領域Hの種として下地基板上に配置することを特徴とする請求項84に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項96】 下地基板上にGaNエピタキシャル層を作製した後、GaNエピタキシャル層を部分的にエッチング除去して下地基板を露呈し、露呈した下地基板の一部表面を、閉鎖欠陥集合領域Hの種として利用することを特徴とする請求項95に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項97】 下地基板上にGaNエピタキシャル層を作製し、その上にGaN以外の異種材料からなる多結晶面を部分的にエッチング除去して所定の形状にパターンニングしたマスク層を、閉鎖欠陥集合領域Hの種として利用することを特徴とする請求項95に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項98】 GaN以外の異種材料の多結晶面を、非晶質薄膜層よりなるマスク層を下地基板上に直接に形成し、そのマスク層を部分的にエッチング除去して所定の形状にパターンニングしたマスク層を、閉鎖欠陥集合領域Hの種として利用することを特徴とする請求項95に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項99】 所定の形状にパターンニングした多結晶面を、非晶質薄膜層を、閉鎖欠陥集合領域Hの種として下地基板上に配置し、種が存在しない下地基板表面にはエピタキシャルラテラルオーバーグロースを行うためのELOパターンを配置して、種パターンとELOパターンを有する下地基板の上にGaN結晶成長を行うことを特徴とする請求項87に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項100】 下地基板にELOパターンを配置してエピタキシャルラテラルオーバーグロース法によって低転位のGaN薄膜を成長させ、低転位GaN薄膜の上に、GaN以外の異種材料よりなり所定の形状にパターンニングされた多結晶面を、非晶質薄膜層を形成し、閉鎖欠陥集合領域Hの種として利用することを特徴とする請求項87に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項101】 下地基板上に窒化ガリウムを結晶成長させるに当たり、ビット発生のための種を予め下地基板に配置し、種を有する下地基板に窒化ガリウムを成長

させることによって、優先的にその種の上にビットを発生させることを特徴とする単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項102】 ビット発生のための種として、パターンニングした非晶質面または多結晶の薄膜を予め下地基板上に配置し、種を有する下地基板に窒化ガリウムを成長させることによって、優先的にその種の上にビットを発生させることを特徴とする請求項101に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項103】 ビット発生のための種として、パターンニングした非晶質面または多結晶の薄膜を予め下地基板上に配置し、種を有する下地基板に窒化ガリウムを成長させることによって、優先的にその種の上にビットを発生させることを特徴とする請求項101に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項104】 ビット発生のための種として、パターンニングしたSiO<sub>2</sub>面またはSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>の非晶質面または多結晶の薄膜を予め下地基板上に配置し、種を有する下地基板に窒化ガリウムを成長させることによって、優先的にその種の上にビットを発生させることを特徴とする請求項102または103に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項105】 ビット発生のための種として、微粒子を予め下地基板上に配置し、種を有する下地基板に窒化ガリウムを成長させることによって、優先的にその種の上に底がくるようにビットを発生させることを特徴とする請求項101に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項106】 ビット発生のための種として利用する微粒子は、GaN単結晶微粒子あるいはGaN多結晶微粒子であることを特徴とする請求項105に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項107】 下地基板にビット発生のための種を規則正しく配置し、その後の下地基板上への窒化ガリウムの結晶成長によって、ビット発生種の位置に規則正しくビットを配列するようにしたことを特徴とする請求項101に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項108】 結晶成長において閉鎖欠陥集合領域Hを保持しながら成長し、閉鎖欠陥集合領域Hと単結晶低転位隣接領域Zの境界面にて結晶粒界Kと閉鎖欠陥集合領域H内部の芯Sを、単結晶低転位余領域Y、単結晶低転位隣接領域Zから伸びてきた転位の消滅場所あるいは蓄積場所として成長させ、単結晶の転位を低減させた結晶を得、得られた結晶を機械加工した後、研磨を施し、平坦な表面をもつ窒化ガリウム基板とすることを特徴とする単結晶窒化ガリウム基板の製造方法。

【請求項109】 結晶成長表面にファセット面からなるビットを形成し、ビットの底部に閉鎖欠陥集合領域Hを連続して成長させ、閉鎖欠陥集合領域Hの周囲の単結晶低転位隣接領域Zと単結晶低転位余領域Yの転位を引

き込み低減した結晶を得、得られた結晶を機械加工した後、研磨を施し、平坦な表面をもつ窒化ガリウム基板とすることを特徴とする単結晶窒化ガリウム基板の製造方法。

【請求項 110】 機械加工として、スライス加工、研削加工、ラッピング加工のうち少なくとも一つを含むことを特徴とする請求項 10 または 109 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の製造方法。

【請求項 111】 下地基板として、 $GaN$ 、サファイヤ、 $SiC$ 、スピネル、 $GaAs$ 、 $Si$  の何れかの材料とすることを特徴とする請求項 47 に記載の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法。

【請求項 112】 結晶成長表面にファセット面からなるビットを形成し、ビットの底部に閉鎖欠陥集合領域  $H$  を連続して成長させ、閉鎖欠陥集合領域  $H$  の周囲の単結晶低転位隣接領域  $Z$  や単結晶低転位余領域  $Y$  の転位を引き込み低減した結晶を厚く成長させインゴットとし、当該結晶をスライス加工することにより、多数枚の窒化ガリウム結晶を得ることを特徴とする単結晶窒化ガリウム基板の製造方法。

【請求項 113】 基板表面において、基板面を貫通して伸びる多数の欠陥の集合した芯  $S$  を内部に含み結晶粒界  $K$  より区別される閉じた領域である閉鎖欠陥集合領域  $H$  と、閉鎖欠陥集合領域  $H$  に隣接するの周囲に形成された単結晶低転位隣接領域  $Z$  と、単結晶低転位隣接領域  $Z$  の外部に存在し同一の結晶方位を有する単結晶低転位余領域  $Y$  とを有する単結晶窒化ガリウム基板を種結晶として、その上に窒化ガリウムを厚く成長することにより、種結晶の閉鎖欠陥集合領域  $H$  の上には閉鎖欠陥集合領域  $H$  を成長し、単結晶低転位隣接領域  $Z$  や単結晶低転位余領域  $Y$  の上には、単結晶低転位隣接領域  $Z$  または単結晶低転位余領域  $Y$  を成長することでインゴットを作成し、当該結晶をスライス加工することにより、多数枚の窒化ガリウム結晶を得ることを特徴とする単結晶窒化ガリウム基板の製造方法。

【請求項 114】 基板表面において、基板面を貫通して伸びる多数の欠陥の集合した芯  $S$  を内部に含み結晶粒界  $K$  により区別される閉じた領域である閉鎖欠陥集合領域  $H$  と、閉鎖欠陥集合領域  $H$  に隣接するの周囲に形成された単結晶低転位隣接領域  $Z$  と、単結晶低転位隣接領域  $Z$  の外部に存在し同一の結晶方位を有する単結晶低転位余領域  $Y$  とを有する単結晶窒化ガリウム基板を種結晶として、その上に窒化ガリウムを厚く成長することにより、種結晶の閉鎖欠陥集合領域  $H$  の上には、ファセット面からなるビットの底が形成され、そこには閉鎖欠陥集合領域  $H$  が形成され、また、単結晶低転位隣接領域  $Z$  や単結晶低転位余領域  $Y$  の上には、ファセット面からなるビットの斜面および水平なファセット面が形成され、単結晶低転位隣接領域  $Z$  または単結晶低転位余領域  $Y$  を成長することでインゴットを作成し、当該結晶をスライス

加工することにより、多数枚の窒化ガリウム結晶を得ることを特徴とする単結晶窒化ガリウム基板の製造方法。

【請求項 115】 閉鎖欠陥集合領域  $H$  の直径が  $5 \mu m$   $\sim 70 \mu m$  であって、基板表面において点状に離隔分布している事を特徴とする請求項 2 に記載の単結晶窒化ガリウム基板。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、3-5 族窒化物系半導体からなる青色発光ダイオード (LED) や青色半導体レーザ (LD) など青色発光素子の基板として利用できる単結晶窒化ガリウム ( $GaN$ ) 基板、および単結晶窒化ガリウム基板 ( $GaN$ ) の成長方法、単結晶窒化ガリウム基板 ( $GaN$ ) の製造方法に関する。

【0002】窒化物系半導体 ( $InGaN$ ,  $GaN$ ) を用いた発光素子は青色 LED として既に実用化され利用されている。しかし広い面積をもつ  $GaN$  基板を得る事ができないので、殆どの場合基板としては絶縁性のサファイヤ ( $\alpha-Al_2O_3$ ) が用いられる。サファイヤの三回対称面の上に  $GaN$  や  $InGaN$  の薄膜をヘテロエピタキシャル成長させて LED 構造を製造する。また  $SiC$  基板を用いた  $GaN$  系の LED も提案され、一部実用に至っている。サファイヤ基板上に製作した  $GaN$  系の青色 LED は転位密度が  $10^5 \sim 10^6 \text{ cm}^{-2}$  もあるのに発光ししかも劣化せず長寿命である。

【0003】サファイヤは製造容易で入手しやすく廉価である。化学的に安定で物理的にも堅牢な結晶であるから発光素子の基板としては好適である。青色 LED の基板としては実績もあり将来もサファイヤ基板が利用され続けることであろう。

【0004】しかしながらサファイヤ基板の発光素子にはいくつかの欠点がある。開閉性を欠き、絶縁性であるということである。開閉がないとチップ切り出しに問題が生ずる。サファイヤウエハの上にウエハプロセスによって多数の LED を製作したあとチップ毎に切り出すとき自然開閉を利用できない。刃物によってチップ毎に切断 (ダイシングという) しなければならぬ。だから歩留まりが低く、コスト高になる。

【0005】絶縁性であるから電流を基板に通すことができない。つまり n 型電極 (カソード) を基板の底面に付けることができない。そこでサファイヤ基板の上に厚い n 型の  $GaN$  層を製作し、その上にエピ成長によって  $InGaN$  系の LED 構造を作り、上頂部の p- $GaN$  薄膜から最下層の n- $GaN$  にいたるまで一部をエッチング除去して n 型部分を露しここへ電極 (ノゾード) を付け、残った部分の上頂部 p- $GaN$  に p 電極を付けるという構造になっている。n- $GaN$  はかなり厚い導電性の高いものとななければならない。電極が二つとも上面になりワイヤボンディングを二回しなければならぬ。そのような理由で工程が増え製造時間も増え



る。またn電極が発光面積を削減するから、発光面積が狭くなる。逆に言えば所定の発光量を得るためのチップ面積は広いものになる。それでコスト高になる傾向がある。

【0006】これらはLEDの基板としての欠点であるが、半導体レーザ(LD)とする場合は開閉がないからレーザの共振器端面を開閉によって作製することができないという難点がある。共振器端面は研磨やエッチングによって時間を掛けて形成する必要がある。もう一つの欠点はやはり欠陥密度の高さである。サファイヤ基板上のGaNは $10^7\text{ cm}^{-2}$ 程度の数多くの欠陥がある。LEDの場合はそれは問題にならず高効率で発光する。LDの場合は電流密度が格段に高いから欠陥をもとにして劣化が開始するということがある。そのようなわけでサファイヤ基板は青色InGaN発光素子の基板として実績があるが、なお最適の基板とは言えない。

【0007】

【従来の技術】窒化物系発光素子の基板として最適のものやはりGaN単結晶基板である。現在まで高品質のGaN単結晶基板を製造する技術が未成熟であったため広い面積を有するGaN基板が入手できなかった。もしも高品質のGaN基板が製造できるようになれば、それが窒化物系発光素子にとって最上の基板となる筈である。GaN単結晶は自然開閉である。それによってチップへの切り出しが単純化され正確になる。LDの共振器端面を開閉によって形成することができるようになる。GaNはn型基板にすれば導電性があり、n型基板の底面にn電極を付けることができ素子構造が単純化され発光面積をより大きく取ることができる。またエピタキシャル薄膜との間に格子定数の食い違いもない。そのような利点が見込まれる。

【0008】しかしGaN多結晶原料を加熱すると昇華してしまいGaNの融液を作ることができない。だから加熱融液を冷却することによって固体結晶を製造するチョクラスキー法や、ブリッジマン法など通常の熱平衡下での大型結晶製造技術を利用できない。超高压を掛けると熱平衡状態を保持した単結晶成長が可能であると言われている。たといえ可能であっても小型の結晶しかできないから商業ベースにのるような大型ウエハを製造できない見込みはない。

【0009】そこで適当な単結晶基板の上に気相成長法によってGaNの結晶を厚く成長させ基板を除去することによってGaNの単結晶自立膜を得るようにしたGaN基板製造方法が提案された。薄膜成長法を拡張した手法といえよう。しかしサファイヤ基板は化学的に安定で物理的にも硬いのでGaNを成長したあと除去することができず基板としては不適である。最近レーザを利用してサファイヤ基板を分離する方法も試みられているが、大型基板作成の歩留りは低いと考えられる。

【0010】結晶成長後除去しやすくGaNと相性のよ

い基板を選ぶべきである。たとえばGaNの三回対称性をもった面(111)の上にGaNをc軸方向に気相合成することによってC面をもつ厚いGaNを作る。基板とGaNとは格子定数も熱膨張率も違うので、なかなかうまく基板上にGaNは成長しない。たとえ成長しても内部応力が大きくて高品質の単結晶基板にならない。さらなる工夫が必要であった。

【0011】そこで多数の窓を有するマスクをGaN基板につけてマスクの上からGaNを気相成長させることによって内部応力、欠陥の少ないGaN結晶を製造するラテラル成長法(Lateral Overgrowth)というのを本発明者等は創案した。

【0012】(1)特願平9-298300号

(2)特願平10-9008号

(3)特願平10-102546号

(4)特願平10-171276号

(5)特願平10-183446号

【0013】などでその手法の内容を明らかにしている。例えば三回対称性をもつ(111)GaN基板の上に、ストライプや円形窓を分布させたSiNマスク(例えば100nm厚み)をつける。マスクの長方形、円形窓は、6回対称性をもち正三角形の繰り返しパターン(正三角形頂点の位置に合致するように設ける。だから一つの窓からみれば60°の中心角をなして6つの最近接の窓があることになる)。

【0014】そのパターンにおいて正三角形の辺は例えばGaNの[111]方向或いは[11-2]方向に平行になるようにする。マスクにはGaNを排除する機能があり、窓のGaN面からGaNが成長し、マスクの上にGaNは付かない。初めに低温(500℃~600℃)でマスクより薄い(例えば80nm厚み)パッパ層を形成する。これはマスクより低いから窓内部だけにできる層である。それは独立のGaNの核が孤立した窓において独立に成長してきたものである。

【0015】その後より高温でGaN気相成長をする。と、パッパ層の上にGaNが積み上がる。やがてマスクと同じ高さになる。マスクの上にGaNが付かなかったのであるが、窓内部からGaNがせり上がってきたので、その後GaNは縦方向と共に横向きにもマスクの上へと成長してゆく。だから窓の中心を中心とする正六角形舞台の形状を取ってGaN薄膜が成長してゆく。転位はGaN結晶の中に大量に含まれるがこれは成長方向に平行に伸びてゆく。マスクのエッジにおいて成長方向が一時的に横を向くから転位の延長方向も一時的に横向きに変化する。正六角形舞台の形状を保持しながらGaNが成長するから転位の転位面はマスクエッジから引いた外向き傾斜面の上に並ぶことになる。

【0016】横向き成長した薄膜はやがて隣接の窓から横向き成長してきた薄膜と相会する。6つの方向に同等の窓があつてそこから等しい速度で横向き(水平)成長

してきたから、それぞれの薄膜は窓を結ぶ線分の垂直二等分線で同時に合体するようになる。そのときに転位は横向きに延伸しているから反平行でありそれが衝突する。衝突によって転位が集中する。一部の転位はここで消滅することもある。転位が一部に高密度に集中するとその他の部分は低転位になり、発光素子の基板として充分に利用可能だということになる。

【0017】隣接窓から成長した GaN 薄膜が二等分線に出会ったあとは、上向きに成長に変換されてゆき c 軸にそう成長になる。C 面を保持した成長ということである。時間を掛けて気相成長させてかなりの厚さ（数百  $\mu\text{m}$ ）の GaN / マスク / GaAs の試料を得る。マスクと GaAs を除去して GaN のみの単独の自立膜にすると、GaN の基板結晶ができる。GaAs は王水で溶かして取ることができる。マスクも簡単に除去できる。

【0018】ラテラル成長法は、転位の延伸する方向が 2 回変化して転位密度がそれによって低減するという利点がある。これによって初めて GaN のかなり大きい単結晶が成長できるようにになった。これに充分な厚さ（100  $\mu\text{m}$  以上）をもち自立でき、本発明者によって初めて得られた GaN 単結晶の基板であった。

【0019】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら窒化ガリウム基板そのものの品質が高品位でなければ、その上に良好なデバイスを作製することはできない。特に量産用の基板としては、広い範囲にわたって転位密度が低い良質の結晶が求められる。

【0020】多数の窓を有するマスクを使い気相成長させるラテラル成長法によっても、転位密度は  $1 \sim 2 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$  程度もあって低転位のものはできない。

I n GaN 系 L D 用の基板としてはいまだ不十分である。

【0021】そこで本発明者は、高品質低転位の窒化ガリウム単結晶を得るため、結晶成長とともに転位密度を減少させることができる新規な方法を工夫した。

【0022】（6）特開 2001-102307 号（特願平 1-1273882 号）

【0023】GaAs の上にマスクを使ってラテラル成長させる際に、平坦な C 面を保持しつつ気相成長するのでなく凹凸に富んだ粗面（ファセット面）を保持しつつ成長させる。c 軸方向に C 面成長させるのではなくて C 面から傾斜した面を表面に露出させながら成長させるのである。ここではファセット成長法と呼ぶ。

【0024】図 1～図 3 によってそのファセット成長法を説明する。GaN 結晶 2 は平坦表面 7 が C 面になるように c 軸成長している。C 面 7 に対して傾斜した面をファセット面 6 と呼ぶ。ファセット面 6 を埋め込む事無くファセット面 6 が露出したまま成長させる。結晶は上に向かって積み上げられるのであるからファセット面 6 は集合して逆錐形のビット 4 となる。逆錐形のビット 4 は円形に見えるが、実は 6 角錐（ $\{11-2m\}$ ）或いは

（ $\{1-10m\}$ ）か  $12$  角錐（ $\{11-2m\}$ ）及び（ $\{1-10m\}$ ）である（m は整数；結晶方位については後に説明する）。図 1～2 では書き易い逆六角錐ビット 4 を示すが実際には  $12$  角錐の方がより頻繁に出現する。

【0025】そのようなビット 4 を埋め込むことなく成長を持続するのがファセット成長法の秘訣である。成長とともに凹面のファセット面 6 が上昇するから成長方向に平行に進む転位はファセット面に対して内向きに向けて進み、異なる方位のファセット面の境界線（稜線 8）に集合する。稜線に至った転位は成長の進行とともに内向きに進み、ビット底にいたり多重点 D へ集結する。互いに  $60^\circ$  の角度をもった稜線部には、多くの集結途中の転位が存在している。多重点 D に集結したものは線状の転位集合欠陥部 11 となる。集合途中の転位群は境界線から底面に下した垂直平面の中に含まれるようになる。そのように互いに  $60^\circ$  の角度をなす 3 枚の転位の集中した面を面状欠陥 10 という。特に多くの転位がここに集合した場合これはかなり安定な状態となる事がある。

【0026】このように前記のファセット成長は転位をファセット面で掃き集めて面状欠陥及び中心の多重点へと掃き溜めてゆくという作用がある。結晶成長は全体的には上向き（c 軸向き）に進むが、転位の束は 3 枚の境界平面（面状欠陥 10）に集中する。成長方向は常に内向き傾斜面の方向におこるから、最終的には転位束の一部は集中して線状欠陥の束 11 となることである。

【0027】ファセット面からなるビットの底へ集中転位の束である面状欠陥や線状欠陥を生成するので残りの部分は低転位となる。適当な厚みまで成長させたら、GaN / GaAs 試料を取り出して、GaAs 基板とマスクを除去する。すると GaN だけの自立膜ができる。それは透明であって研磨によって平坦な基板にすることができる。目でみても平坦平滑なガラスのような材料であり転位はみえない。特別なエッチング液でエッチングしビットを出現させて顕微鏡観察することによって転位を見ることができる。また材料の違いは蛍光顕微鏡によってみることができ。

【0028】基板下の低転位領域の転位密度を顕微鏡観察すると  $10^4 \text{ cm}^{-2}$  程度以下に減少することがわかった。ラテラル成長では  $1 \sim 2 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$  程度の転位密度があったのだから、転位密度がさらに 1 けた程度減少したことになる。巧妙で有用な発明であった。

【0029】しかしながらそのような精妙な発明にも、LD の基板として使える GaN 単結晶を作るという課題からすると問題があることが分かった。

【0030】ファセット面からなるビットを埋め込まないで結晶成長させることによって、ビットの底へ転位を集めるようにするで、転位は狭い空間に集中する。しかしながら、完全に一点に集中するとは限らず、しば

ラックという問題があった。例えば  $100\mu\text{m}$  直径のビットを形成した場合、部位によっては、ビット中央の数  $\mu\text{m}$  の狭い範囲に転位が集中する。しかしその他の部位においては、 $30\mu\text{m}$  程度の範囲にぼんやりと広がって転位が存在するということがある。

【0031】これは一旦集中した転位が再びぼらけてモヤモヤと広がったものである。集中転位の綻びということもできよう。モヤモヤと広がった転位の筋は、かなりの数の転位を含むものであることがわかった。つまり部位によってビットの中心点を芯として雲のようにモヤモヤと広がる転位の筋がある場合があるということである。モヤモヤは先述の蛍光顕微鏡観察で直接にみることができ。図3はビット底の転位の集合束15がぼらけて転位がまわりに広がってゆく状況を説明している。

【0032】低転位領域を広げるために、ビットの径をより大きくすると、モヤモヤ状の転位の筋はより増大する傾向を示す。ビット径を大きくすると中心の芯へ集中される転位の数が増加するから綻びて星雲状になる転位の数や面積も増えるのである。

【0033】それでは一旦凝縮した転位は芯からどうして解けてゆくのか？綻びが生じる原因はどこにあるのか？そのような事を本発明者は考察した。それは転位の間に働く斥力のせいであろうと本発明者は気づいた。

【0034】転位というものは成長とともに成長の方向に伸びてゆくものであるが、離合集束することがあるが簡単に消滅しない。消滅せず集中するだけである。転位は結晶の乱れであるから、転位が平行に接近するとその間に結晶の不整合を圧縮させることになり格子のエネルギーが増大する。格子エネルギーの増加が斥力をもたらしするのである。転位は一次元のごとくまで伸びてゆくと相互に接近すると格子構造の乱れを集中させエネルギーを高めるので斥力を生ずることになるであろう。そのようなダイナミズムは転位を  $10^4$  倍にも  $10^6$  倍にも凝集させて初めて現れるものでありこれまで知られていなかったものである。

【0035】 $10000$ 本あるいは  $100000$ 本の転位線を狭い範囲に集めるとそれらの間の斥力も著しくなる。ために一旦凝縮しても一部から転位線が解けてくるのである。それが芯のまわりに漂って見えるモヤモヤ星雲状構造を生成するのである。

【0036】モヤモヤ転位線での転位密度は  $10^7\text{ cm}^{-1}$  order程度で、その他の部分を含めた平均の転位密度 ( $10^5\text{ cm}^{-2}$  order) よりも  $10$  倍以上大きい。モヤモヤ転位線の転位密度は、 $\text{LD}$  基板として不十分である。 $\text{LD}$  基板として利用できるためには、やはり  $10^6\text{ cm}^{-2}$  order 以下であることが望まれる。綻びによるモヤモヤ状転位の問題、これが第一の問題である。

【0037】次の問題は、ファセット面からなるビット4底に転位を集中させるさい、ビット中央部に互いに  $60^\circ$  の角度をなしてできる面状欠陥10である。ピッ

トを維持して成長させると転位がファセット面の境界に集中しそこへ残留してゆくので面状に集中し面状欠陥10となるのである。ビット軸線に含まれ互いに  $60^\circ$  の角度をなし六回対称性をもつ面状欠陥は、転位が平行に面状に整列したもので転位の塊だと考えられる。面状欠陥は、先述のモヤモヤ状転位とともに、結晶面の問題である。面状欠陥はビット芯から  $60^\circ$  の角度をなして放射状に存在する。時には面状欠陥の両側面で結晶面のズレを生じている可能性もある。これら面状欠陥の存在は、基板の上に  $\text{LD}$  素子を製造した場合に、劣化の原因になりレーザの寿命を短くすることが予想される。だから面状欠陥を低減させる必要がある。

【0038】最後の問題はより根元的である。それはビットの分布が、予見不可能な偶然性の確率的なものであるということである。つまり欠陥の分布がランダムなということである。前述のようにファセットビットをそのまま埋め込まずに成長させることによって転位を減少させる前記のファセット成長法はどこにビットができるのか、ということをや予め規定することも知る事もできない。ファセット面よりなるビットは偶然的にそこ形成されるのであって偶然にそこに転位が集中することになる。転位の束の分布が確率的、偶然的であることが問題になる。

【0039】その  $\text{GaInAs}$  を使ってウエハプロセスを行い  $\text{GaInAs-LD}$  チップを多数製造した場合、 $\text{LD}$  のストライプ（活性層）がたまたま転位束に掛かるといことがありうる。発光層に欠陥の束が存在するとその  $\text{LD}$  は短寿命となってしまう。その部分にストライプが掛かっている  $\text{LD}$  チップは予め除去しなければならない。それはレーザ製造歩留まりを下げるということになる。

【0040】 $\text{GaInAs}$  基板上に製作される  $\text{LD}$  チップの寸法は一定に決まらないうが、例えば幅  $400\mu\text{m}$ 、長さ  $600\mu\text{m}$  で中央部に形成される発光層（ストライプ）が例えば  $2\sim 3\mu\text{m}$  幅  $\times 600\mu\text{m}$  だとする。ウエハ上に  $400\mu\text{m} \times 600\mu\text{m}$  の矩形上  $\text{LD}$  を製造することを考える。全幅幅が  $400\mu\text{m}$  でその内  $3\mu\text{m}$  だけがストライプだとすると、ストライプに転位がモヤモヤ転位が重なるということは少ないように思えるかもしれない。しかしそうではない。ストライプは幅こそ狭いものであるが、長さはチップ長さと同じでありしかも直線であればならないのであるから、ストライプに転位（転位の集束点）が掛かるといことは頻繁に起こりうることなのである。

【0041】 $\text{LD}$  用の基板を製造するためには、ストライプが転位芯、モヤモヤ転位に掛からないようにできる基板であることが必要である。そのために、転位束（転位芯）がどこにできるかわからないというのは困る。そうでなくて転位芯の位置制御を積極的に行うようにしたいものである。転位芯が発生するのはやむをえないとしても、 $\text{LD}$  を製造するときに好都合のように配置され

配置が予め分かれば良いのである。そのように転位芯(束)の位置制御を可能とする結晶成長方法が望まれる。

【0042】以上述べた3点が本発明の課題である。もう一度繰り返すと次のような事である。

【0043】(1) ファセット面からなるビット中央の転位集合部からの転位のモヤモヤ状分布の低減。

(2) ファセット面からなるビット中央の転位集合部の面状欠陥の消滅。

(3) ファセット面からなるビット中央の転位集合部の位置を制御すること。

本発明はこれら3つの困難な課題を解決することを目的とする。

【0044】発明の説明に入る前に用語を少し説明する。まず気相成長法ということであるが、GaNの薄膜形成法として気相成長法が用いられるがそれにはHVPE法、MOCVD法、MOC法、昇昇法がある。これを基板の製造にも用いる。

【0045】1. HVPE法(ハイドライド気相成長法:Hydride Vapor Phase Epitaxy)

Ga原料として金属Gaを使う。窒素原料はアンモニアNH<sub>3</sub>である。ホットウォール型の反応炉の下方のサセタに基板を置き上方のポートにGa金属を入れ加熱しておく。そこへ水素ガス+HClガスを吹き付けて、塩化ガリウムGaCl<sub>3</sub>を生成する。これが水素ガスによって下方ヘドリフトし加熱された基板にあたる。基板の近傍へは水素ガス+アンモニアガスが供給されておりGaCl<sub>3</sub>とアンモニアが反応してGaNを合成し加熱された基板の上に積み上げられる。原料がGa金属でありGaCl<sub>3</sub>を作るからGaN薄膜に炭素が入らないという利点がある。

【0046】2. MOCVD法(有機金属CVD;Metalloorganic chemical vapor deposition)

これはGaN薄膜成長法として最も普通に利用されている方法である。コールドウォール型の反応炉において、TMG(トリメチルガリウム)などのGaの有機金属原料と、アンモニアNH<sub>3</sub>とを水素ガス(H<sub>2</sub>)とともに、加熱した基板に吹き付ける。ガリウム原料として有機金属を用いるのはGaN以外のガリウム化合物の薄膜形成で頻繁に行われることである。加熱基板上でTMGとアンモニアが反応して、GaNが合成されこれが堆積され薄膜が形成される。この方法は薄膜形成手法としては実質的でもあるのである。しかし薄膜でなく厚い基板結晶を作製しようとするとき問題がある。この方法は大量のガスを用いるから原料ガス収率が低い。薄膜では問題でないが基板形成の場合収率の低さは欠点となる。もう一つの問題は原料が有機物を含み炭素が存在するからGaNを形成した場合にその中へ炭素が混入するという点がある。炭素は深いドナーとなり電子移動度を下げ電気特性を悪化させる場合がある。

【0047】3. MOC法(有機金属塩化物気相成長法;Metalloorganic Chloride method)

Ga原料としてTMGなど有機金属化合物を用い、窒素原料としてアンモニアを使う。MOCVD法と異なって直接にTMGとアンモニアを化合させるのではない。ホットウォール型の反応炉でTMGをHCl(塩化水素)ガスを反応させ一旦GaCl<sub>3</sub>を合成する。これは気体の状態で加熱された基板まで流れてゆく。アンモニアは基板近くに供給されているから、アンモニアとGaCl<sub>3</sub>が基板近傍で反応してGaNとなり基板の上に逐次堆積してゆく。有機金属を使用するより薄膜への炭素の混入が生じるという欠点もある。しかし、MOCVDよりも原料ガス収率が高い。

【0048】4. 昇昇法

これは原料としてガスを用いない。多結晶のGaNを原料とするものである。反応炉の中で固体GaNと基板を別々の場所において温度勾配を設け、固体GaNを加熱して気化し、より温度の低い基板へ移動させて基板の上にGaN薄膜を堆積させるものである。

【0049】次に結晶方位について説明する。このようなことは斯界の常識のようにみえるが必ずしも周知されていない。混乱もあり、読者にとっては空間幾何学的な説明が理解できないということもある。以後結晶方位によって本発明の構造を述べるので方位の定義は明確にすべきである。GaNは六方晶系に属する。その場合面や方位を示す指数は3つ使うものと4つ使うものがある。4つ使う方法をここでは採用する。それについて表現方法を述べる。

【0050】結晶面と、結晶方位の表現に関していくつかの約束点がある。面方位を表現する結晶表現は、

{h k m n} というように波括弧 {} を使う。h、k、m、nは面指数(或いはミラー指数)と呼び必ず整数である。個別面方位の表現は丸括弧 ( ) を使って (h k m n) というように表現する。結晶方位の総括表現は、鍵括弧 < > を使って、< h k m n > と表現する。結晶方位の個別表現は角括弧 [ ] を使って、[ h k m n ] というように表現する。同じ面指数をもつ結晶面と、結晶方位は直交する。つまり (h k m n) に直交する方向が [ h k m n ] である。

【0051】その結晶が属する対称群によって許される対称操作が決まる。対称変換操作によって元に戻る場合、それらの面や方位は同じ総括表現によって表現される。六方晶系の場合、初めの3つの指数に関しては3重回転操作が許されるので、h、k、mを相互に入れ換える対称操作は同等のものである。しかしc軸の指数nは独特のものでこれらの3つの指数とは相互交換できない。総括表現で {h k m n} という総括面は一つの個別面 (h k m n) から出発して全ての許される対称操作によって到達できる全ての個別面を包含する。六方晶系についても許される対称操作は結晶によってなお幾つかの

種類があり、一がいにどれが総括表現に含まれるということはいえない。

【0052】GaN結晶には3回対称性がある。だから(hkmn)、(kmhn)、(mhkn)、(hmk n)、(khmn)、(mkhn)は総括表現[hkmn]に含まれる6つの個別面である。逆に総括表現[hkmn]、[kmhn]、[mhkn]、[hmk n]、[khmn]、[mkhn]の6つは同等の表現である。面指数は整数であって、負の数には上線を付けるのが習わしであるが、明細書では上線を付けることができないので、前にマイナスの符号を付すことにする。ただし面指数の間にはコンマをつけないから面指数か、座標かということは簡単に区別がつく。

【0053】GaNは六方晶系で3回対称性のある3つの軸がある。その内の二つをa軸、b軸という。3軸目には名称がないからそれでは不便だからd軸とする。つまりaとbがd軸が120度の中心角をなして設けられる。それら3軸が含む面に直交する軸がc軸である。c軸は六方晶系において独特の軸であり、aとb軸間の対称性を持ったない。結晶面というのは同一の方向を向いた互いに平行な無数の面の集合である。結晶面の方位は、1枚目の結晶面がそれぞれの軸を切る接片の長さを軸の長さで割った値の逆数である。つまりa軸をa/hで切り、b軸をb/kで切り、d軸をd/mで切り、c軸をc/nで切る場合にその面指数を(hkmn)と表現する。

【0054】だから面指数が小さいほど基本的な面であり、面の数も少ないわけである。結晶面[hkmn]は面(khmn)に直交する方向として定義される。4つの指数の内前の3つの指数h、k、mは独立でない。二次元だから二つの指数で表現する事ができ実際二つの指数で表現する方法もある。しかしここでは対称性を見やすくするために、4つの指数を用いている。だからh、k、mは一次従属であるが、その間には見やすいサムールh+k+m=0が常に成り立っている。

【0055】GaNの場合代表的な面が3つ存在する。一つはC面である。これは(0001)面というように表現することができる。つまりc軸に直交する面である。面と軸は互いに直交するが、以後面は大文字で、軸は小文字で表現して区別することにしよう。GaNはc軸廻りの3回対称性をもつ。つまり120度の回転によってもとに戻るような対称性をもつ。異種の基板の上にGaNを結晶成長させる場合は、必ずc軸方向の成長を行う。GaNは基板やサファイア基板の上にヘテロエピ成長した場合は必ずc軸方向の成長になる。GaNは反転対称性がない。だから(0001)面と(000-1)面は相違する面である。

【0056】2番目の代表的な面はM面という。それは劈開面である。対称3軸(a、b、d)のうち一つの軸先端を通り、他の二つの何れかの軸とc軸に平行な面である。包括表現{1-100}、{01-10}、{-

1010}、{-1100}、{0-110}、{10-10}や個別表現{1-100}、{01-10}、{-1010}、{-1100}、{0-110}、{10-10}などによって表現することができ。包括表現は全て等価であるが、個別表現は異なる面を意味している。異なる面は互いに60度の角度をなす。90度の角度でなくて60度であることに注意すべきである。M面という表現は通称であって、GaNの代表方位を表現するのに便利である。

【0057】3番目に代表的な面はA面という。対称3軸(a、b、d)のうち2軸の先端を結びc軸に平行な面である。包括表現{2-1-10}、{-12-10}、{-1-120}、{-2110}、{1-210}、{11-20}や、個別表現{2-1-10}、{-12-10}、{-1-120}、{-2110}、{1-210}、{11-20}などによって表現できる。上記の包括表現{...}は等価なものを意味するが、個別表現{...}は別の面を示す。

【0058】GaNは6回対称性はないから、上の個別の面は二つの種類の面を示す。それぞれの個別面は互いに60度の角度をなす。90度でないことに注意すべきである。この面をA面というのは通称である。便利な表現である。a軸とは区別するべきである。A面と同じ面指数をもつ方位<2-1-10>はA面に直交する方位である。それはM面のいずれかと平行である。a方位と呼ぶことができるがそのようにはいわない。M面と同じ面指数をもつ方位<1-100>はM面に直交する方位であるが、A面と平行である。これをm方位と呼ぶことができるがそのようにはいわないようである。そのようにGaNは3つの代表的な面、C面、A面、M面を持つ。

【0059】後に出てくるファセット面というのは、A面やM面をc軸方向に少し傾けたもので構成される。だから例えば、A面から派生したファセット{2-1-11}、{2-1-12}や、M面から派生したファセット{1-101}、{1-102}などである。等価の6面が集合してピットを構成する。6角型ピットのピットというのは、A面から派生したファセット{2-1-11}、{2-1-12}からなるか、M面から派生したファセット{1-101}、{1-102}からなるものである。A面もM面の60度の角度をなして6つ存在するから穴になった場合は六角錐状のピットとなる。その他に12角錐状のピットも形成されるが、それは、A面ファセット{2-1-11}、{2-1-12}とM面ファセット{1-101}、{1-102}が組み合わされるので12角形となるのである。12角形の集合これらの面が少しずれた面となっている場合も見られる。

【0060】4番目の指数nは上記のファセットでは1か2となっている。そのような低面指数のものが出現す

ることが多いので、これらについて述べる。例えばA面 {2-1-10} をc軸に対して少し傾けると {2-1-11} 面となる。さらに傾けると {2-1-12} となる。4番目の指数nの値が大きいとc軸に対する傾斜も大きくなる。つまり水平に近づく。nについてそれ以上の高次の指数のファセット面が出現することもあるが、だいたいはn=1から2程度である。

【0061】後に二段重ねのファセットという概念が出てくる。ビットを構成するファセットとそれより浅いファセットという2種類のファセットが登場する。文脈を乱したくないから、ここでそれを予め説明する。浅いとい

うのはより水平にC面に近いということである。つまりc軸方向のミラー指数nが大きいくということである。【0062】通常ビット周りに出現するファセットが {11-22}、{1-101} であると後で述べる。a軸長さをaで、c軸長さをcで表現すると、{1-101} 面のC面に対する傾きは、 $\tan^{-1} (3^{1/2} a/2c)$  である。{11-22} 面のC面に対する傾きは、 $\tan^{-1} (a/c)$  である。

【0063】より浅いファセットというと {11-23}、{1-102}、{11-24}、{1-103} などnが大きいのをいう。{1-10n} (n≥2) のC面に対する傾きは  $\tan^{-1} (3^{1/2} a/2cn)$  である。nが2より大きいこの値はn=1の値より小さくなる。{11-2n} (n≥3) 面のC面に対する傾きは、 $\tan^{-1} (2a/nc)$  である。nが3より大きいと、この値はn=2の値より小さくなる。だからこのような高いnのものを浅いファセットと表現している。

【0064】GaNは六方晶系でありウルツ鉱型である。正六角形の6頂点と中心にGa原子が存在する底面と、正六角形の6頂点と中心にGa原子が存在する上面と、底面と上面の中間より少し下において正六角形の6頂点と中心にN原子が存在する下中間面と、その少し上に3つのGa原子が存在する中間面との上に3つのN原子が存在する上中間面がある。3回対称性はあるが、反転対称性はない。六回対称性もない。

【0065】下基板板としてサファイヤ、Si、GaAsなどを用いる。サファイヤ(a-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)は三方晶系であるが、対称性が悪くて三回対称性はない。反転対称性もない。対称性が悪いので劈開もない。

【0066】Siは六方晶系でなく立方晶系でありダイヤモンド構造をとる。だからミラー指数は3つである。3指数によって面方位(k h m)を完全に記述できる。3指数は独立で前述のサムルールはなく、k+h+m≠0である。三回対称軸は対角線の方角である。それは(111)面とかける。通常のSiデバイスの場合(001)面を使うが、それは三回対称性がない。ここでは三回対称が必要だからSiの場合は(111)面を使う。

【0067】GaAsも六方晶系でなく立方晶系であり閃亜鉛鉱(ZnS; Zinc Blende)構造をとる。だからミラー指数は3つである。3指数によって面方位を完全に記述できる。三回対称軸は対角線の方角である。それは(111)面とかける。通常のGaAsデバイスの場合劈開の關係から(001)面を使うが、それは三回対称性がない。ここでは三回対称が必要だからGaAsの場合も(111)面を使う。GaAsは反転対称性がないし(111)面といっても2種類がある。つまりAsが外部に出る(111)面と、Gaが外部に出る(111)面である。必要があれば(111)As面とか、(111)Ga面とか言って区別する。

【0068】

【課題を解決するための手段】平坦なC面を維持せず、ファセット面を保持しながらGaNを成長させることによって転位をビット底部に収束させ残りの部分を低転位化させる本発明者の創案した方法は見事なものであるが、いまだ問題があり3つの課題があることを説明した。

【0069】(1) ファセット面からなるビット中央の転位集合部からの転位のモヤモヤ状分布を低減すること。

【0070】(2) ファセット面からなるビット中央の転位集合部の面欠陥を消滅させること。

【0071】(3) ファセット面からなるビット中央の転位集合部の位置を制御すること。

【0072】いずれも解決困難な課題である。これらの問題についてさらに説明する。ファセット状ビットを形成維持しながら結晶成長させる本発明者の先願の最大の問題は転位の集合状態であると考える。図3

(1)、(2)は先願におけるビットでの転位の集合を示す。GaN結晶12のどこか一部にファセット16からなるビット14が発生する。ビット14の生成位置は予め与えることができない。偶然的なものである。平坦面17がC面方向に成長するとファセット面18も上昇し転位15がビット14の底に溜まる。図3(2)に示すように、それは転位群15が一時的にビット底にあるだけであって転位自体はバラバラであるし開放されており再度広がる可能性もある。

【0073】ファセット面からなるビット部において、ファセット面での転位の伝播方向の異方向性を利用し数多くの転位をビット中央に集めてくる際、その転位の集合状態が問題になる。転位をビット中央に集中させることはできるが転位は高密度に集中した状態にあり消滅しておらずビットは開放されているから様々な問題を発生する。

【0074】本発明者の方法は、ファセット成長のビットが形状を維持したまま成長するのを利用して、数多く存在する転位を、ビット中央に集中させるのであるが、高密度の転位の集合が新たな問題を生ずる。

【0075】場合によって、逆方向のバーガースペクトルをもつ転位同士は衝突して消滅する可能性はあろう。しかし一つのファセット面によって掃引されて集合した転位は同符号の転位が多いものと考えられる。だから集合した転位が異符号であって互いに消滅することとは殆ど起こらないだろうと思われる。同符号の転位の集合の場合、転位は消滅しないのでいつまでも残留する。ただ集中させるから残りの部分が低転位化するという利点がある。

【0076】しかし同符号の転位が穏やかに線、面に集中してくれるのであればいいのであるが実はそうでない。先述のように転位集中部分からモヤモヤの転位の拡散がみられる。それはどうしておこるのか？とその理由を考えると、同符号の転位が集中すると転位間に斥力が発生するからであると思われる。

【0077】格子のズレが連続したものが転位である。ズレの方向に同一の転位（同符号）が集中するとズレの方向が倍加されるから格子力学的なエネルギーが増加する。そのためにエネルギーを低下させる必要があってそれが斥力となる。転位どうしに働く斥力のために転位の集中体の一部から転位が解けてモヤモヤの転位の広がりとなる。折角集中させたのに転位が一部解けて拡散するのは困る。

【0078】それにビットが合体して転位群が乱れたり、転位群の合併によって、転位が濃縮し転位密度がさらに上昇する。そのためもあるからモヤモヤの転位が広がってゆくということもあろう。これが前記の（1）の転位モヤモヤ分布の問題である。

【0079】また状況によっては、ファセットからなるピッチ中央へ、転位が集合してゆく際中央から約60度の中心角をなして放射状に転位の面状集合体が形成されることもある。図1（b）の面状欠陥10のことである。これは転位が60度の角度をもつて集合するためである。同符号の転位が集合した場合、転位同士に斥力が働き中央に集中できず、放射状の面状欠陥10に転位が集中するということもある。それが面状欠陥をより強固なものとする。

【0080】また複数ビットが合体しビットが大型化した場合、ビット中央に向かって集合する転位の数も増大し、それに付随する面状欠陥がより大面積化する。

【0081】さらにファセットの発生する位置は、自然現象に任せたままであるから不規則である。ビット位置は偶然的であり予め決定できない。制御不可能である。ビット位置が不規則、無限定、ランダムであるから、モヤモヤの転位群の面積が増大してきた場合、基板にデバイスを作製する時の妨げになる。デバイスの品質、歩留まりを下げることになる。

【0082】これらの課題を解決するためには、ファセット面からなるビットを維持して成長させ転位をビット中央に集合した際、転位が集合部に滞留するだけで収束

しないということが問題だと本発明者は考える（図3（2）の転位群15）。

【0083】集合部での転位群は、転位の集合部にもしも転位の消滅機構、蓄積機構があればそれが固定されて再拡散がおこらず有効だと本発明者は考えた。

【0084】もしも転位の消滅機構あるいは蓄積機構が結晶中にあれば、転位が狭い領域に集中しても消滅させたり蓄積させたりできるので、転位がばらけたり面状欠陥を作らないようになる筈である。と本発明者は考えた。

【0085】転位の消滅・蓄積機構として何を用いるか？それが問題である。本発明者は、単結晶中に故意に粒界などの欠陥を形成し欠陥面によって転位を消滅或いは蓄積させるようにした。結晶粒界などの欠陥を積極的に作り、これによって転位を安定に蓄積するか消滅させるようにしたのである。それが本発明の第1の新規な着想である。

【0086】本発明は、新たに結晶粒界を作り、それを有効利用しようとするのである。図4はそれを示したものである。GaIn結晶22にはファセット面26を有するビット24が生成されている。成長とともに転位はファセット面を介して2面に平行に移動しビット24の底部29にいたる。その後の転位の延長方向は成長方向（c軸方向）に平行である。ビット底部29に続いて閉じた欠陥集合領域25を作っている。閉じた欠陥集合領域25が前記の転位を吸収する。転位は消滅したりあるいは閉じた欠陥集合領域25に蓄積される。

【0087】一旦蓄積されたら再び外部へ出てゆきにくい。だからその意味においても「閉じた」ということが出来る。閉じているのは欠陥集合領域25の外を囲む結晶粒界Kである。これが欠陥集合領域25を封鎖する。転位が捕獲されたらもう再び拡散しにくい。

【0088】それでは欠陥集合領域25を閉鎖する結晶粒界Kを作るにはどうするか？ファセットを維持しながらファセット成長させると、ファセットからなるビットの中央底部に転位が集中することには既に述べた通りである。このビットの中央部に、廻りの単結晶と異なる結晶を形成することによってそれらの境界に結晶粒界を生成することができる。周りの単結晶と相違する異結晶を作ればよいのだから、それは方位の相違する単結晶であってもよいし、方位を一義的に定義できない多結晶としてもよい。いずれにしても周りの単結晶は一樣な方位をもっており全体で単結晶なのであるから、それと相違するような異結晶をビット中央部に形成するとそれら異質の結晶の間に結晶粒界ができるはずである。はじめに多結晶をビット中央部に形成する場合は説明する。

【0089】具体的には、ビット中央部に多結晶領域を形成する。周りの単結晶領域と、ビット底の狭い部分の多結晶領域の間に、結晶粒界Kが生ずる。その結晶粒界Kを転位の消滅・蓄積場所とする。転位を減らすことが

目的であるのに、転位を多数含む結晶粒界を新たに生成してそれを反対に有効利用するというものである。もちろんこれらの結晶粒界のみならず、結晶粒界で囲まれた、内部の領域も、転位の蓄積場所とすることができ、非常に意表を付いた着想であって斬新である。

【0090】そのような本発明は、転位のシンク（吸い込み）を形成することによって、モヤモヤ状の分布の成長を防ぎ一部消滅させることができる。またビット中央部から広がる面状欠陥の低減消滅を促進することができる。

【0091】さらに研究を重ねると、このような転位に消滅・蓄積場所として機能する領域は、多結晶に限るものではないということを見出した。ビット底部に続いて単結晶領域を生成してもそれが他の単結晶と結晶方位が異なるものであれば、その間に結晶粒界Kができるから結晶粒界Kが転位の消滅・蓄積場所となる。例えば、c軸が反転した、即ちGa面と窒素原子面が逆転した反転層となっている場合も含む。ここで反転相とは、Ga-N結晶の所定の領域において、それ以外の領域とGa-N結晶の<0001>方向のみが180°逆転し、極性（polarity）が反転しているものである。Ga-N結晶の（001）面は、表面がGa原子面となっているが、（001）面は、窒素原子面となっている。

【0092】さらに、単結晶であって、他の領域の単結晶と方位が同一であっても、面欠陥で囲まれ、小傾角粒界で囲まれている場合は、その小傾角結晶粒界Kが、転位の消滅・蓄積場所となることわかった。つまりビット中央部底部に続く領域であって、

【0093】A. 多結晶領域  
B. 周りの単結晶と方位の違う単結晶領域  
C. 周りの単結晶と方位が同一であるが小傾角粒界で囲まれた単結晶領域

【0094】であれば、それらの領域と周りの領域の間に結晶粒界Kができるから、結晶粒界Kが転位の消滅・蓄積作用をもつのである。転位を消滅させることができれば効果的であるが、蓄積させて解き放たないというだけでも効果がある。そのような結晶品となる部分はいずれも結晶欠陥を内蔵しており、しかも結晶粒界で包囲されているから、「閉じられた欠陥集合領域」と呼ぶことができる。そのような部分構造自体新穎なものである。

【0095】閉じられた欠陥集合領域では冗長であるから、閉鎖欠陥集合領域Hと呼ぶことにしよう。これはファセット成長においてファセット面の集合であるビットの底部に生成されて周りの単結晶と何らかの異なる結晶性をもつ芯Sがありその表面が結晶粒界Kによって包囲されているという領域を意味する。つまり芯A、B、Cのいずれかであって、閉鎖欠陥集合領域Hは芯Sと結晶粒界Kよりなる。象徴的にいえば、

【0096】 $H = S + K$

【0097】 $K = A、B、$  または  $C$

【0098】ということである。Kは結晶粒界であるが転位を消滅・蓄積することができる。芯Sは、Kの内部にあって、周囲の単結晶とは何らかの相違点ある結晶性をもち、ファセット成長においてビットの底部に生成されるものである。それら二つの成分を含めて閉鎖欠陥集合領域Hと呼ぶのである。閉鎖欠陥集合領域Hの中にビットの最深部があり、ここには、転位の集合部が生じている。上の説明では、結晶粒界Kだけが転位の消滅・蓄積作用があるように思えるが、それだけではなく、閉鎖欠陥集合領域Hの内部の芯Sにも転位の消滅・蓄積作用がある。KとSの両方に転位の消滅・蓄積作用がある。

【0099】本発明者の先願（特開2001-102307号）においてはビットがどこにできるのかは予め指定することができない。そうであればビット底部に連続して発生する閉鎖欠陥集合領域Hもどこにできるか予め決めることができない。しかしビットの中央に閉鎖欠陥集合領域ができるという相関が分かったことには意味がある。さらに発明者は研究を進めて、閉鎖欠陥集合領域Hを予め与えることができるということを見出した。

【0100】話しが逆になるが、閉鎖欠陥集合領域Hの位置を何らかの手段によって予め与えることができればビットの出現する場所が決まるということになる。これらの点にいろいろな飛躍があるので充分に注意すべきである。

【0101】閉鎖欠陥集合領域Hを決める手段は後に詳しく述べる。簡単にいえば下地基板の閉鎖欠陥集合領域ができて欲しい位置へ「種」となるものを規則的に配置することである。その上からGa-Nを成長させると、種に続きビットが生成されビットに続いて閉鎖欠陥集合領域ができるのである。

【0102】もしも閉鎖欠陥集合領域Hが決まると、この領域は他のC面の成長に比較して成長速度が遅いから、他のC面成長する部分に比べて低い窪み（ビット）となる。窪みとなるとその周囲は安定な低次の面指数をもつファセット面で囲まれる。成長と共にファセット面が大きく成長し、それがビットとなる。ビットは消滅することなくファセット成長の間維持されるからビットに続いて閉鎖欠陥集合領域Hが連続的に生成される。縦方向に成長するから、初めに決めた閉鎖欠陥集合領域Hの位置から上が全て閉鎖欠陥集合領域となる。そのような手法によってビット位置を制御することができるようになる。任意の位置に閉鎖欠陥集合領域を作り得る。それも本発明の著しい特徴の一つである。

【0103】もう一つの閉鎖欠陥集合領域生成のメカニズムがある。ビットはファセット面からなるが、その底部にはより浅い傾斜（c軸面指数のnが大きい）の他のファセット面が形成されやすく（図5（b）の（3）に示す）、角度の浅いファセット面がビットの底に形成され二重のファセット面構造となる。これがビット中心を固定する。浅いファセット面に続いて閉鎖欠陥集合領域



Hが生成される。詳細は後述するが、閉鎖欠陥集合領域Hが、周りに対してGaN結晶の<0001>方向のみが180°逆転したc軸方向の反転相からなる場合、この現象が明確に現れる。

【0104】閉鎖欠陥集合領域の生成については、次のように考えられる。種の上に多結晶が形成された場合、閉鎖欠陥集合領域は多結晶となり、他の単結晶部分と明確に区別される。境界には結晶粒界Kが発生する。

【0105】しかし閉鎖欠陥集合領域は多結晶ばかりでなく、単結晶の場合もある。単結晶であるが周囲の単結晶部分と結晶方位が相違する。相違の方向は多様である。後にはこれを詳しく述べる。どうして結晶方位が相違するのか？それはピット底部に小さい傾斜のファセット面(nが大きい)が発生しそれを一面とするように閉鎖欠陥集合領域が形成されるので、閉鎖欠陥集合領域が単結晶だとしても他の単結晶部分と結晶方位が相違するのである。結晶方位が相違するから、閉鎖欠陥集合領域と他の単結晶部分の境界には必ず結晶粒界Kができる。結晶粒界Kによって閉鎖欠陥集合領域の芯Sが完全に密封方位され閉じた欠陥の集合を作る。それが閉鎖欠陥集合領域Hである。

【0106】このように、 $H = S + K$ となる閉鎖欠陥集合領域を作りGaNをファセット成長させる方法は、先に述べた3つの問題を全て解決することができる。ピット中央から拡散するモヤモヤ状の転位は、先述の結晶粒界Kによって吸収蓄積され解けないから外部へもはや出でやかない。ピット中央底部から発生した60度であるが、面状欠陥は結晶粒界Kによって引き寄せられその中に蓄積され外部へ出ない。

【0107】またピット中心位置が定まらないからLDを作ったときに活性層(ストライプ)がピットに重なることがあるという偶然性の問題は、積極的に閉鎖欠陥集合領域つまりピットのできる位置を予め決めることによって解決できる。そのようなピット位置を予定できるといことが本発明では最も有用な利点だということもいえる。

【0108】以上本発明の原理を説明した。本発明によって前記の3つの問題点(ピット中央のモヤモヤ転位、面状欠陥、位置制御の困難)を解決できるということも述べた。以下に本発明のさらに具体的な態様についてより詳しく述べる。

【0109】

【発明の実施の形態】本発明の実施の形態について述べる。本発明の基本原理は次のようなことである。

【0110】ファセット面からなるピットが常に表面に存在し欠陥の集合である閉鎖欠陥集合領域Hが内部に存在するように窒化ガリウムを成長させ、閉鎖欠陥集合領域Hとその周囲の単結晶低転位随伴領域Zとの境界面である結晶粒界Kを転位の消滅場所、蓄積場所とすることによって、閉鎖欠陥集合領域Hの周囲の単結晶低転位随

伴領域Zと単結晶低転位余領域Yにおける転位を減少させ低転位のGaN結晶基板を得る、というところにある(請求項45)。

【0111】或いは、ファセット面からなるピットが常に表面に存在し、しかも欠陥の集合である閉鎖欠陥集合領域Hが内部に存在するように窒化ガリウムを成長させ、閉鎖欠陥集合領域Hとその周囲の単結晶低転位随伴領域Zとの境界面である結晶粒界Kとその内部の芯Sを転位の消滅場所、蓄積場所とすることによって、閉鎖欠陥集合領域Hの周囲の単結晶低転位随伴領域Zと単結晶低転位余領域Yにおける転位を減少させ低転位のGaN結晶基板を得る、というところにある(請求項46)。

【0112】実際の実現方法としては、結晶成長時の成長表面において、ファセット面からなるピットを形成し、常にピット底に閉鎖欠陥集合領域Hを保持して結晶成長させ、閉鎖欠陥集合領域に転位を捕獲させることによって、その周囲の単結晶部(単結晶低転位余領域Y、単結晶低転位随伴領域Z)の転位を低減させるようにする(請求項47)のである。

【0113】これらが本発明の基本思想である。ファセットからなるピットを結晶表面に生成するというだけでは不十分である。ピットに続いてその底に閉鎖欠陥集合領域Hが存在するということが必要である。閉鎖欠陥集合領域Hは内部(芯Sと呼ぶ)と表面(結晶粒界Kと呼ぶ)よりなるがこれは欠陥の集合体でありしかも結晶粒界Kによって完全に閉じられている空間である、ということが重要である。そして結晶粒界Kが、それに加えて芯Sが転位の蓄積、消滅を担うので他の部分の転位が減少する。

【0114】「他の部分」というのは二つに分割される。ピットの下に続く部分とピットの外にある部分である。ピットによって覆われる部分をここでは単結晶低転位随伴領域Zと呼ぶことにする。ピットの外にある部分を単結晶低転位余領域Yと呼ぶ。いずれも低転位であった、しかも単結晶である。

【0115】閉鎖欠陥集合領域の役割は、単結晶低転位余領域Yや単結晶低転位随伴領域Zを低転位単結晶にすることにある。それは結晶粒界Kや芯Sが転位を吸収して消滅させるあるいは蓄積して離さないからである。本発明において最も重要なのは閉鎖欠陥集合領域Hである。閉鎖欠陥集合領域Hが本発明において根元的な重要性を持っている。

【0116】それでは表面のピットは何故に必要か？ということであるが、それは二つの機能を持っている。一つはピットの底に閉鎖欠陥集合領域Hを保持することである。ピットの底に連続して閉鎖欠陥集合領域Hができる。ピットがなければ閉鎖欠陥集合領域Hができない。ピットあつての閉鎖欠陥集合領域である。その点でピットの生成は必須である。しかし逆は必ずしも真でない。ピットがあつてもその下に閉鎖欠陥集合領域がな

いものもある。それを空ビットと呼ぶことができる。空ビットにしてはいてはいけないのである。

【0117】本発明者の前記の先願(特開2001-102307号)はビット生成を必須の要件としているがそれは閉鎖欠陥集合領域Hをとまなわない空ビットであった。だから転位を消滅蓄積できなかったのである。空ビットの底部には $0^0$ の角度をすべ面欠陥や線状欠陥ができるが転位を閉じ込めることができなかった。

【0118】本発明はビットの底に閉鎖欠陥集合領域Hを形成している。このように閉鎖欠陥集合領域を底部に有するビットは「実ビット」と呼ぶことができる。本発明はだから実ビットを生成し閉鎖欠陥集合領域を設けることによって閉鎖欠陥集合領域に転位を永久に消滅蓄積できるようにする。

【0119】ビットのもう一つの役割はエピタキシャル成長とともに内向きの傾斜が周囲の(単結晶低転位隣伴領域や単結晶低転位余領域)転位を内側へ引き込み閉鎖欠陥集合領域Hへと掃引するということである。ビットの傾斜がなければ転位はそのまますべ面(成長方向に平行)伸びるだけで閉鎖欠陥集合領域へ集結しない。集結しなければ転位は減少しない。だからビットには、閉鎖欠陥集合領域Hを保持するという役割と、転位を集めて閉鎖欠陥集合領域へ導入するという役割がある。

【0120】それではどうして閉鎖欠陥集合領域を作るのか?という問題であるが、そのためには結晶成長の初期に基板面に種を分布させておくのである。種が基板面にあることによってその上に閉鎖欠陥集合領域とビットが形成される。種を基板面に積極的に配置することによって閉鎖欠陥集合領域とビットの位置を正確に指定できる。実は本発明の新規独創の着想は種の播種にあるのである。種を幾何学的に規則正しく配置することによって閉鎖欠陥集合領域Hとビットを幾何学的に規則正しく生成することができる。

【0121】閉鎖欠陥集合領域は欠陥の集合であって使用できないとすると、その残りの単結晶低転位隣伴領域Zや単結晶低転位余領域Yが使用できることになる。閉鎖欠陥集合領域の位置が種の播種によって厳密に予め指定できるならば、単結晶低転位余領域Y、単結晶低転位隣伴領域Zが予め指定できる、ということである。そのような空間的な制御性は種の播種に起因するのである。本発明の価値はその種播きによって単結晶低転位隣伴領域や単結晶低転位余領域を指定できるという空間的な制御性の高さにある。

【0122】閉鎖欠陥集合領域Hが本発明において根本的に重要である。それで閉鎖欠陥集合領域についてより詳しく説明する必要がある。閉鎖欠陥集合領域は1種類の構造を取るのではない。多結晶、単結晶など多様な構造の閉鎖欠陥集合領域がある事が分かった。単結晶でも方が様々ものがある。閉鎖欠陥集合領域の種類を以下に説明しよう。いずれの構造の閉鎖欠陥集合領域も本

発明の基本原理にもつづき転位低減の効果を奏することができる。

【0123】[1. 多結晶の閉鎖欠陥集合領域H(請求項48)] 閉鎖欠陥集合領域Hが方位のパラパラの多結晶GaNであることがある。その場合は閉鎖欠陥集合領域だけが多結晶であり、閉鎖欠陥集合領域周りに隣伴するビット直下の単結晶低転位隣伴領域Zやその外側の単結晶低転位余領域Yは単一の単結晶である。閉鎖欠陥集合領域が多結晶ならそれは粒界の集まりである。閉鎖欠陥集合領域外周の結晶粒界Kというのは最外の粒界の連続体を意味する。

【0124】[2. 異なる方位の単結晶の閉鎖欠陥集合領域H(請求項49)] 閉鎖欠陥集合領域Hが周囲の単結晶と異なる一定方位の単結晶GaNの1個以上の集合であることがある。C面方向に成長させる場合、単結晶低転位隣伴領域Zや単結晶低転位余領域Yは(0001)面を表面平行にする単結晶である。閉鎖欠陥集合領域は一定方位をもつ結晶の集合であるがc軸、a軸などが、単結晶部分のc軸、a軸と食い違っている。

【0125】[3. <0001>だけ一致する方位の単結晶の閉鎖欠陥集合領域H(請求項50)] 閉鎖欠陥集合領域Hが周囲の単結晶と<0001>だけ共通でその他の異なる一定方位の単結晶GaNの1個以上の集合であることがある。C面方向に成長させる場合、単結晶低転位隣伴領域Zや単結晶低転位余領域Yは(0001)面を表面平行にする単結晶である。閉鎖欠陥集合領域はc軸を単結晶部分のc軸(<0001>)に平行とするがa軸、b軸が単結晶部分のa軸、b軸とは異なるというものである。つまりc軸回りに回転している。閉鎖欠陥集合領域を反対にc軸周りに回転させると単結晶部分と同じ方位になる。

【0126】[4. 極性が反転した単結晶の閉鎖欠陥集合領域H(請求項51、請求項52)] 単結晶部分のc軸方向に対して閉鎖欠陥集合領域Hのc軸が反平行だといふものである。すなわち閉鎖欠陥集合領域Hにおいて、その周りと<0001>方向のみが $180^\circ$ 逆転し、極性が反転している単結晶となっているものである。閉鎖欠陥集合領域Hのc軸を $180^\circ$ 回転させると単結晶部分の方位と同一にできる。GaN結晶は極性を有しており、(0001)面は表面がG原子面となっているが、(000-1)面は窒素原子面となっている。よって、<0001>方向のみが $180^\circ$ 逆転し、極性が反転している場合、その領域の境界には粒界が存在する。この閉鎖欠陥集合領域Hは、単結晶であっても<0001>方向のみが $180^\circ$ 逆転した一つ以上の結晶粒からなる多結晶であってもよい。

【0127】[5. 面欠陥で仕切られた閉鎖欠陥集合領域H(請求項53)] 閉鎖欠陥集合領域Hが周囲の単結晶部分とは面欠陥によって仕切られた1以上の結晶粒である。

【0128】〔6．線状欠陥で仕切られた閉鎖欠陥集合領域H（請求項54）〕閉鎖欠陥集合領域が周囲の単結晶部分とは線状欠陥によって仕切られた1以上の結晶粒である。

【0129】〔7．面状欠陥で仕切られた同一方位の閉鎖欠陥集合領域H（請求項55）〕閉鎖欠陥集合領域が周囲の単結晶部分と結晶方位は同一であるが面状欠陥によって仕切られた1以上の結晶粒である。

【0130】〔8．線状欠陥で仕切られた閉鎖欠陥集合領域H（請求項56）〕閉鎖欠陥集合領域が周囲の単結晶部分と結晶方位は同一であるが線状欠陥によって仕切られた1以上の結晶粒である。

【0131】〔9．微傾斜した閉鎖欠陥集合領域H（請求項59）〕閉鎖欠陥集合領域が周囲の単結晶部分の結晶方位に対して殆ど同一だが微傾斜しているというものである。

【0132】以上が閉鎖欠陥集合領域の結晶方位に関する多様性である。結晶方位に続いて欠陥についても説明する。閉鎖欠陥集合領域内部には特に結晶欠陥が多い。閉鎖欠陥集合領域が多結晶（1）の場合粒界があるのは当然である。しかし閉鎖欠陥集合領域Hが単結晶の場合でも欠陥が多くなる。ファセット面からなるビットの底が閉鎖欠陥集合領域Hの内部にある。閉鎖欠陥集合領域内部に転位群の集合部が形成され1面状欠陥が形成されることがある。だから閉鎖欠陥集合領域は欠陥を含み周囲の単結晶部分とは面状欠陥で仕切られるということがある。

【0133】〔10．欠陥を含み面状欠陥で仕切られた閉鎖欠陥集合領域H（請求項57）〕閉鎖欠陥集合領域Hは結晶欠陥を含み、周囲の単結晶部分と面状欠陥によって仕切られる。

【0134】〔11．欠陥を含み線状欠陥で仕切られた閉鎖欠陥集合領域H（請求項58）〕閉鎖欠陥集合領域Hは結晶欠陥を含み、周囲の単結晶部分と線状欠陥の集合体によって仕切られる。

【0135】〔12．線状欠陥、面状欠陥を含む閉鎖欠陥集合領域H（請求項60）〕閉鎖欠陥集合領域Hは結晶欠陥を含み、その欠陥は、面状欠陥であるが線状欠陥であることが多い、ということである。

【0136】以上で多様な閉鎖欠陥集合領域について説明した。次に結晶成長の方位であるが、結晶成長の方向はc軸方向であるのが通常である（請求項61）。異種基板の上に六方晶系の窒化ガリウム結晶を成長させるから、3回対称性のあるc軸方向に成長させると、異種基板とGaNの結晶方位の対称性を合致させることができる。そのためにc軸方向に成長させることが多いことになる。もしもGaN自身を基板とすることができたらc軸以外の成長も可能であるが異種基板であるからc軸成長が主流である。

【0137】その場合、ファセット面からなるビットが

逆六角錐あるいは逆十二角錐となる（請求項62）。GaNは六方晶系でありc軸まわりに同等の傾斜面を6つ持っているからである。それが六角錐ビットを形成する。図1はC面にできたビットを図示するが、逆六角錐のビットは6つの傾斜面をもつ。平均的な成長方向はc軸方向つまり図で上方である。しかし傾斜面（ファセット面）では面は矢印のように内向きに成長する。同等の傾斜面が二組あれば十二角錐を形成するのである。つまり（hkmn）面の前の3つの指数h、k、mを入れ換えたものが同等であるから6つの同等の面が存在するのである。

【0138】ファセット面の面指数は一般に $\{k-k-2kn\}$ （k、nは整数）と $\{k-k-0n\}$ というように表現できる（請求項64）。これら2種類の面はそれぞれ $60^\circ$ ごとに存在し、二組の面は $30^\circ$ の角度をなす。だから $30^\circ$ 刻みの面を構成できる。だから逆12角錐ができる。いずれか一方の群だけが優越する場合は逆六角錐となる。

【0139】その中でも最も頻出するファセット面は、 $\{11-22\}$ 面と $\{1-101\}$ 面である（請求項65）。いずれか一方だけで逆六角錐ができるし、両方が並存すると逆十二角錐ができる。 $\{11-21\}$ 面も出ることがある。

【0140】さらにファセット面からなるビットが、傾斜角の異なる二段重ねの逆六角錐、逆十二角錐のこともある（請求項63）。これは例えば $\{11-22\}$ 、 $\{11-21\}$ とか $\{1-101\}$ 、 $\{1-102\}$ のようにc軸指数nが異なるものがあるということである。傾斜の浅い方が中心にくる（nが大きい方）。傾斜のきつい面は外周にくる（nが小さい）がそれが単結晶低転位隣伴領域Zに接続する。

【0141】閉鎖欠陥集合領域Hと結晶成長時のファセットの関係について述べる。閉鎖欠陥集合領域Hとファセット面の面指数に一定の関係のあることが分かった。ファセット面からなるビット底には閉鎖欠陥集合領域Hがある。閉鎖欠陥集合領域Hは、ビットのファセット面とは面指数が少し異なる面を有する（請求項66）。先述のようにビットを構成する大部分のファセット面の面指数は $\{11-22\}$ と $\{1-101\}$ である。

【0142】ところが閉鎖欠陥集合領域の頂部（ビット底）はファセットの傾斜面より浅い傾斜となっている（請求項67）。例えば図5（b）（3）において二段傾斜面が示される。それはc軸の指数がより大きいということだから、 $\{11-24\}$ 、 $\{11-25\}$ 、 $\{11-26\}$ 、 $\{1-102\}$ 、 $\{1-104\}$ などが出現しそれがビット底の傾斜面となっていることである（請求項67）。ファセット面からなるビット底に続く閉鎖欠陥集合領域Hは、単結晶低転位隣伴領域Zや単結晶低転位余領域Yとは、 $<0001>$ 方向のみの $80^\circ$ 逆転し、極性が反転している場合に顕著に傾斜角

のより小さい面方位を表面として成長する（請求項68）。この場合、傾斜角のより小さい結晶面方位は、 $\{11-2-4\}$ 、 $\{11-2-5\}$ 、 $\{11-2-6\}$ 、 $\{1-10-2\}$ 、 $\{1-10-3\}$ 、 $\{1-10-4\}$  からなる（請求項69）。それが成長とともに埋まって閉鎖欠陥集合領域となるから閉鎖欠陥集合領域がこのような $n$ のより大きい面指数をもつことになるのである。ファセット面からなるビット底にある閉鎖欠陥集合領域の境界は、ビットを構成するファセット面よりも角度の浅い境界部に形成される（請求項70）。この現象は、特に閉鎖欠陥集合領域Hが周りの単結晶領域と $\langle 0001 \rangle$ 方向のみが $180^\circ$ 逆転し、極性が反転している場合に顕著に認められる（請求項71）。ビット底の傾斜面の角度が浅いというのは重要な知見である。

【0143】ファセット面からなるビット底にある閉鎖欠陥集合領域Hは、点状に集中して存在する（請求項72）。ここで点状というのは線状とかドーナツ状というのではなくて一箇所に点に集まっているという意味である。例えば図7の同心円の中心の黒い部分が閉鎖欠陥集合領域Hであり、点状に集中している。点状に集中しているからGaN基板を様々な方向に劈開しても断面に閉鎖欠陥集合領域Hが出てくる確率が低いという利点がある。

【0144】劈開面に閉鎖欠陥集合領域Hが露出しにくいので劈開面を有効に利用できる。それに劈開が容易だという利益もある。劈開しようとする平面に欠陥があると劈開が妨げられるからである。

【0145】ビット底にできる閉鎖欠陥集合領域Hは、 $1\mu\text{m} \sim 200\mu\text{m}$ の直径を保持して成長させることができる（請求項73）。成長条件にもよるが、閉鎖欠陥集合領域Hの直径を $1\mu\text{m} \sim 200\mu\text{m}$ にして成長させることによって、転位をビット中央の閉鎖欠陥集合領域Hに集めることができる。

【0146】ファセット状ビットの直径が小さい場合は、閉鎖欠陥集合領域Hの直径も小さい方がよい。ファセット状ビットの直径が大きい場合は、閉鎖欠陥集合領域Hの直径も大きい方がよい。実際においては、小さい場合で閉鎖欠陥集合領域の直径が $1\mu\text{m}$ あれば効果（転位低減）があり、大きい場合でも経済的な影響を考慮して直径 $200\mu\text{m}$ までが適当であると考えられる。

【0147】ファセット面からなるビット底の閉鎖欠陥集合領域Hの形状（横断面）は通常不定形である（請求項74）。これは、閉鎖欠陥集合領域Hが成長するにつれ、エネルギー的にも不安定であるために結晶方位との関係から、ファセット形状に応じて閉鎖欠陥集合領域が変形するためである。

【0148】場合によっては閉鎖欠陥集合領域の形状（横断面）が円形になる場合もありうる（請求項75）。閉鎖欠陥集合領域Hの多結晶粒の粒子数が多い場

合や、閉鎖欠陥集合領域の直径が大きい場合に円形断面のものがよく見られる。

【0149】一方ファセット面からなるビット底の閉鎖欠陥集合領域Hの多結晶粒子数が少ない場合や、閉鎖欠陥集合領域の直径が小さい場合、閉鎖欠陥集合領域Hの形状が角型になることもある（請求項75）。

【0150】平均的な結晶成長方向が $c$ 軸方向である場合、実際の結晶成長の最表面ではファセット面からなるビット底の多結晶領域部が、結晶成長とともにビット底に引き続き形成されその結果結晶中には、 $c$ 軸に平行に柱状に多結晶領域のびた形で存在することになる（請求項76）。

【0151】またその際、ファセット面からなるビットの底の閉鎖欠陥集合領域と周りの単結晶部（単結晶低転位余領域Y、単結晶低転位隣接領域Z）との境界において、単結晶部から閉鎖欠陥集合領域Hへ向かってC面に平行に伸びた転位を集め、境界Kにおいて転位を消滅蓄積させて単結晶部の転位を減らすメカニズムが働く（請求項77）。

【0152】この転位集中のメカニズムはC面から傾いたファセット面よりなるビットにおいて、ファセット面の成長とともに転位がC面に平行にビット中心へ向かって伸び閉鎖欠陥集合領域に集中することによって、単結晶部Z、Yでの貫通転位を低減させることができる（請求項78）。例えば図1の（a）（b）でファセット面は矢印のように内向きに積層してゆくから転位は矢印で示されるようにC面に平行に内向きに進行するようになる。つまり転位はビット中心に向かって集中し中心部の閉鎖欠陥集合領域Hに吸収される。図2はファセット面での転位の動きを示すための平面図である。内向きに進んだ転位は六角錐の稜線Lに衝突すると稜線Lの方向へ転換して稜線に沿って水平に進むから中央の多重点Dに集中するのである。

【0153】それが先願においても述べられた転位減少の機構である。しかし先願では多重点の下に閉鎖欠陥集合領域が存在せず、図1（b）のように広い面状欠陥10になり転位減少は不十分であった。

【0154】図3は先願の場合の転位の運動を示すが、ビットの底に閉鎖欠陥集合領域がない。だから転位は集中するが開放しており再び広がる可能性もある。集中度も低い。開放系ではいけない。

【0155】本発明は図4に示すようにビット底に閉鎖欠陥集合領域があり転位は閉鎖欠陥集合領域Hに吸収される。ここで一部は消滅し一部は蓄積される。その部位は閉鎖欠陥集合領域Hの外周部である結晶境界Kと内部の芯Sである。結晶粒界Kだけである場合もあり、KとSの両方である場合もある。いずれにしても閉鎖欠陥集合領域は結晶粒界Kによって閉じられており密封空間である。原理的には転位が一旦閉鎖欠陥集合領域Hに入ると再び出ることができない。だから単結晶低転位余領域

Y、単結晶低転位隣接領域Zでの転位の減少は永久的である。先願と本発明の対比は図3、図4によく現れる。

【0156】さて、実際の窒化ガリウム基板の製造においては本発明の手法をどのように適用するのかがについて説明する。異種基板を使うから三回対称性のあるc軸方向を成長方向とする。

【0157】実際の結晶基板の結晶成長方法としては、結晶成長時の表面において、ファセット面からなるビットを形成し、ビット中央の底に閉鎖欠陥集合領域Hを有するものを基本の構造物としてこれを規則正しく配列させて結晶成長させる（請求項79）。

【0158】それは空間的に規則正しくビット、閉鎖欠陥集合領域を配列するということである。図6（b）、図7、図8（a）、（b）などに規則正しい基礎構造体の配列を示す。規則正しく同じパターンによって空間をくまなく埋め尽くすようにするのが最も良い。その場合可能なパターンはおのずから決まってくる。

【0159】このようにファセット面からなり中央に閉鎖欠陥集合領域を有するビットを規則正しく隙なく並べるには、六回対称性（正三角形を並べ頂点に配置する）、二回対称性（正方形を並べ頂点に配置する）、三種類のパターンしかない。最も隙なく同じもので並べるという条件をはずすともっとたくさんのパターンが可能となる。

【0160】[1. 六回対称性パターン（図8（a）、（b））（請求項80）] これは図8に示すが、ビットが円形に近い12角形、六角形であるので最稠密の配列となる。正三角形の一辺の長さをピッチpと呼ぶ。これはパターンの繰り返し周期である。もしも隣接のビットが互いに接触するならばビットの直径dはピッチpにほぼ等しい（ $p=d$ ）。図8（a）はピッチの方向がGaN結晶の $\langle 11-20 \rangle$ の方向に平行である。図8（b）はピッチの方向がGaN結晶の $\langle 1-100 \rangle$ の方向に平行である。

【0161】この図において同心円の中心の黒丸が閉鎖欠陥集合領域Hである。その周囲の白丸の部分がビットの広がりを示すがそれは同時に単結晶低転位隣接領域Zの範囲を示している。隣接する同心円の隙間にできる狭い三角形の領域が単結晶低転位余領域Yである。最稠密に配置しているということはある一定面積の中に占める単結晶低転位隣接領域Zの面積が最大になるということである。しかし同時に閉鎖欠陥集合領域面積も最大になる。反対に単結晶低転位余領域Yの面積は最小になるわけである。C面から成長した領域（単結晶低転位余領域Y）は比抵抗が高くなる傾向がある。だから導電性基板とする場合はYが狭くなる六回対称パターンが望ましい。

【0162】[2. 四回対称性パターン（図9（a）、（b））（請求項81）] これは図9に示すが、ビットが円形に近い12角形、六角形であるので中程度の稠密

の配列となる。正方形の一辺の長さをピッチpと呼ぶ。これはパターンの繰り返し周期である。もしも隣接のビットが互いに接触するならばビットの直径dはピッチpにほぼ等しい（ $p=d$ ）。図9（a）はピッチの方向がGaN結晶の $\langle 11-20 \rangle$ と $\langle 1-100 \rangle$ の方向に平行である。図9（b）はピッチの方向がGaN結晶の $\langle 11-20 \rangle$ と $\langle 1-100 \rangle$ の方向に斜め45度をなす。この方位は低面指数で表現できない。

【0163】この図において同心円の中心の黒丸が閉鎖欠陥集合領域Hである。その周囲の白丸の部分がビットの広がりを示すがそれは同時に単結晶低転位隣接領域Zの範囲を示している。隣接する同心円の隙間にできる星芒形の領域が単結晶低転位余領域Yである。これは前例1よりも単結晶低転位余領域Yの面積が広くなる。C面から成長した領域（単結晶低転位余領域Y）は比抵抗が高いので導電性基板とする場合は好ましくない。しかしGaNデバイスチップの形状が正方形である場合などではこの方がずっと好ましい。実際デバイスチップとして有効に利用できるのは単結晶低転位余領域Zと単結晶低転位隣接領域Zであり、それが規則正しく広がっているからデバイス配置に余裕がある。デバイスのピッチとビットのピッチを合致させると全て同じ条件でデバイスを製作することができ勢いも単純になる。

【0164】[3. 二回対称性パターン（図10（a）、（b））（請求項82）] これは図10に示すが、ビットが円形に近い12角形、六角形であるので稠密でない配列となる。基本は長方形である。その短辺側のピッチpと長辺側のピッチqを区別しなければならない。これはパターンの繰り返し周期に異性があるということである。もしも隣接のビットが互いに接触するならばビットの直径dは短ピッチpにほぼ等しい（ $p=d$ ）。図10（a）は短ピッチpの方向がGaN結晶の $\langle 11-20 \rangle$ の方向に平行である。図10（b）は短ピッチpの方向がGaN結晶の $\langle 1-100 \rangle$ の方向に平行である。

【0165】この図において同心円の中心の黒丸が閉鎖欠陥集合領域Hである。その周囲の白丸の部分がビットの広がりを示すがそれは同時に単結晶低転位隣接領域Zの範囲を示している。隣接する同心円の隙間にできる幅の広い帯状の領域が単結晶低転位余領域Yである。これはpをpより大きくするに従って前例の2つよりも単結晶低転位余領域Yの面積が広くなる。デバイスチップとして有効に利用できるのは単結晶低転位余領域Yと単結晶低転位隣接領域Zであり、それが規則正しく広がっているからデバイス配置に余裕があり実際のデバイスチップは矩形であるからこのパターンが最適だといえる。

【0166】結晶成長時の結晶表面に、底部に閉鎖欠陥集合領域を有しファセット面からなるビットを数多く規則正しく配列するのであるが、それらのビット間の最短の中心距離（ピッチp）は、 $5.0\mu\text{m} \sim 2.000\mu\text{m}$ で

あるのが望ましい(請求項83)。

【0167】実際のデバイスを上記に作製することを考えるとデバイスのチップの大きさよりもビットピッチが小さいと使い難い。だから低位位相結晶のビットのピッチは最低50μmは必要である。それ以下ではデバイスを製造するのが難しい。

【0168】反対にビットピッチの上限は2000μm程度である。あまりにピッチが広がるとビットの深さも大きくなる。研磨してビット部分は除去するがビットが広いと深さも大きく研磨厚みが大きくなるから無駄が増える。経済的に不利になるからビットのピッチは2000μm以下とする。それは経済的な理由による制限であってピッチがこれ以上であっても本発明の転位減少という効果は十分にある。

【0169】[閉鎖欠陥集合領域Hの形成方法] ファセット面からなるビットの中央底部に発生する閉鎖欠陥集合領域Hの形成方法について説明する。図5(a)、(b)にビット一つ分についての成長を示す。図6では基板の平面図を示す。

【0170】本発明の結晶成長においては、ベースとなる下地基板21を使用する。窒化ガリウム単結晶を下地基板21としてもよいのは勿論である。しかし大型のGa単結晶基板は容易に製造できないから、異種材料を基板とするのが現実的である。異種基板でもGaN基板でもよいのであるが、その下地基板21の閉鎖欠陥集合領域となるべき部位に閉鎖欠陥集合領域の種23を配置する。この図はビット、種、閉鎖欠陥集合領域の一つだけを図示しており実際には表面に多数のビットが形成されるのである。

【0171】種23は幾何学的に規則正しく基板表面に配置される。平面図は図6(a)に示すとおりである。ここでは下地基板21の上に六回対称となる位置に種23を配置している。下地基板21の残りの部分19は基板面が露呈している。Ga単結晶22を下地基板21と種23の上に成長させる。GaNは種23の上には成長しにくいので下地の上は成長しにくい。成長の難易の差を利用して種23を生成する。巧妙な方法である。図5(a)、(b)の(2)のように下地面の上には厚く結晶22が付いてその上は平坦面27(C面)ができる。種23の上には結晶が付きにくくからビット24(凹部)となる。ビット24は6つあるいは12つのファセット面26からなる。種23の上にビット24ができる、ということが重要である。

【0172】さらにGa単結晶22を成長させると対向するファセット面26が種23の上で相合うようになる。そうすると種23の上にもGa単結晶の一部が堆積してゆく。この部分はビット24の底29となる。成長とともにビット24は上方へ移動する。ビット24の底29も段々に結晶が堆積してゆく。図5(a)、(b)の(3)はこのような状態を示す。

【0173】底29の下へ連続して成長する結晶25はその他の部分の結晶22とは異質である。底29の下種23の上に当たる部分の結晶25を閉鎖欠陥集合領域Hと呼ぶ。閉鎖欠陥集合領域Hとその他の結晶22との境界線30が結晶粒界Kである。それに対して内部を芯Sと呼ぶ。つまり種23-閉鎖欠陥集合領域H-底29が上下に並ぶ。種23の位置の上方に必ずビットの中央底がきて、種とビット底の間が閉鎖欠陥集合領域Hなのである(請求項84)。

【0174】ファセット26の直下の部分の結晶が単結晶低転位隣接領域Zにあたる。平坦面27の直下の結晶が単結晶低転位余領域Yに当たる。ビット底29については二通りの場合がある。図5(a)ではビット底29の傾斜はファセット26の傾斜と同じであり同じ結晶方位の面である。しかし図5(b)の場合、ビット底29の傾斜は、ファセット26より傾斜がゆるいものになっている(請求項85)。傾斜が浅いビット底29は、ファセット面26と少し違う面となっているわけである。つまりc軸方向の面指数nが少し大きくなっているのである。ファセット面26が(11-22)だとするとそれに続く底29は(11-24)のように表現できる。

【0175】[多様な種の可能性] 閉鎖欠陥集合領域のもととなる種23は下地基板に直接に付けても良いし、下地基板にGaN層を薄くのせてからその上に付けてもよい。

【0176】種23は空間的に規則正しく配置すべきである。六回対称、四回対称、二回対称の種パターンについては既に説明した。

【0177】種の形態材料としては、GaNの成長しにくい材料であればよく、薄膜、粒子、異種基板面などがある。薄膜の場合は、非晶質薄膜、多結晶薄膜の両方を用いることができる(請求項86)。薄膜、粒子、基板面など形態が異なると種の作製法、配置法も異なってくる。

【0178】[種の作製方法1(薄膜の場合)] 下地基板の上に閉鎖欠陥集合領域とすべき部分に薄膜の種を乗せる。薄膜は二次元形状を有し、所望の形状、分布にパターンニングする事が可能である(請求項87)。パターンニングするには、フォトリソグラフィを用いる方法や、メタルマスクを使って薄膜を蒸着する方法、マスクを使った印刷法などが可能である。精度良くパターンニングすることによって、閉鎖欠陥集合領域の位置精度が向上する。

【0179】個々の種の形状は円形、多角形などとすることができる(請求項88)。多角形というのは三角形、四角形、六角形、八角形などである。これは閉鎖欠陥集合領域Hの形状にも影響する。これら円形、多角形にパターンニングした非晶質、多結晶薄膜の直径は1μm~300μmとするのが好ましい(請求項89)。種の大きさによってその上に成長する閉鎖欠陥集合領域Hの

大きさが大体決まる。閉鎖欠陥集合領域の直径として  $1\mu\text{m} \sim 300\mu\text{m}$  程度が良いので種の大きさをそのようにする。ただし種直径よりも閉鎖欠陥集合領域直径の方が僅かに小さいようである。

【0180】〔薄膜の種材料の種類〕種にするための多結晶薄膜、非晶質薄膜は金属でも酸化物でもよいのが特に、

【0181】イ、 $\text{SiO}_2$  薄膜（請求項90）（多結晶又は非晶質）

ロ、 $\text{Si}_3\text{N}_4$  薄膜（請求項90）（多結晶又は非晶質）

ハ、Pt 薄膜（請求項91）（多結晶）

ニ、W 薄膜（請求項92）（多結晶）

などが効果的である。

【0182】〔種の作製方法2（粒子の場合）〕種は必ずしも薄膜にかぎらない。 $\text{GaN}$  多結晶粒子を下地基板の上に規則正しく配置することによって閉鎖欠陥集合領域の種とすることができる（請求項93）。 $\text{GaN}$  単結晶粒子を下地基板の上に規則正しく配置することによって閉鎖欠陥集合領域の種とすることができる（請求項94）。これら  $\text{GaN}$  粒子が下地基板の上に配置されることにより、その上には周りの単結晶部とは異なった方位の多結晶が成長する。

【0183】 $\text{GaN}$  粒子であるのにその上への  $\text{GaN}$  の成長を遅延させピットを形成するというのはおかしいように思えるが、粒子は方位が違うので同じ材料の  $\text{GaN}$  の結晶成長でもそれを阻止する作用があるのである。だから  $\text{GaN}$  とはかぎらず、どのような材料の粒子でも良いのである。しかし  $\text{GaN}$  粒子とすれば拡散による汚染の恐れがないから最適なのである。

【0184】粒子は、薄膜と違って三次元な構造をもつのであるが、薄膜と同様にピット、閉鎖欠陥集合領域形成の効果を持つ。独立の粒子であるから自由に下地基板の上へ乗せれば良い。

【0185】〔種の作製方法3（異種基板面の場合）〕種は必ずしも薄膜、粒子にかぎらない。異種の下地基板面そのものを種とすることができる。下地基板は  $\text{GaN}$  と違うので  $\text{GaN}$  の成長速度が異なるからピットを生成する原動力を与えることができる。これも凝った方法である。

【0186】 $\text{GaN}$  以外の異種基板面を  $\text{GaN}$  層から周期的に露呈して種とする（請求項95）のである。それだけではわかりにくいというところである。下地基板に一旦  $\text{GaN}$  エピ層（ $\text{GaN}$  バッファ層）を薄く成長させ、閉鎖欠陥集合領域Hを生成すべき部位の  $\text{GaN}$  エピ層を除去して下地基板を露呈させその上に  $\text{GaN}$  を再びエピ成長させると下地基板の上で成長が遅れピットを生成し閉鎖欠陥集合領域を作ることができる（請求項96）。

【0187】下地基板を露呈することによって種とする

手法では、 $\text{GaN}$  バッファ層なしに  $\text{GaN}$  を成長させることになるからその上には閉鎖欠陥集合領域が生成されることが多い。先述の薄膜種もフォトリソグラフィによって生成できるが、基板面種の場合、陰陽が反対になることに注意すべきである。下地基板としては、サファイヤ、スピネル、 $\text{SiC}$ 、 $\text{GaAs}$  などを利用できる。

【0188】〔種の作製方法4（ $\text{GaN}$  エピ層の上に薄膜を設ける場合）〕種は下地基板の上に直接に薄膜を設けるとは限らない。下地基板の上に  $\text{GaN}$  エピ層を成長させその上に異種材料の多結晶、非晶質薄膜マスクを積層し、マスクをフォトリソグラフィによって部分的に除去し残った薄膜マスクを種とすることもできる（請求項97）。つまり下地基板/ $\text{GaN}$ /薄膜種という構造となる。初めに述べたものは  $\text{GaN}$  がなく下地基板/薄膜種となっていたので区別しなければならない。この薄膜種によってもピットをここから成長させ、ピット底に引き続いて閉鎖欠陥集合領域Hを成長させることができる。

【0189】〔種の作製方法5（下地基板の上に薄膜を設ける場合）〕下地基板の上に直接に異種材料の多結晶、非晶質薄膜マスクを積層し、マスクをフォトリソグラフィによって部分的に除去し残った薄膜マスクを閉鎖欠陥集合領域Hの種とすることもできる（請求項98）。つまり下地基板/薄膜種という構造となる。

【0190】〔種の作用（図5）〕種を設けた下地基板において、種以外の部位においては、 $\text{GaN}$  は下地基板からエピタキシャル成長する。しかし種は  $\text{GaN}$  成長を阻止する作用があり、 $\text{GaN}$  の成長が遅延する。遅延するが周囲の下地基板上エピ層が高く成長するとそれらが侵入してくるので種の上にも  $\text{GaN}$  が乗ってくる。それが成長条件に依存していろいろに変わる。種の上にできる  $\text{GaN}$  が多結晶であること（A）もある。

【0191】種の上に周りの単結晶が押し寄せてきて、種の上を単結晶とする場合もある。そのときでも周囲の単結晶とは結晶方位が異なる（B）。結晶方位が異なるが極性が反転することもある。また  $0001$  軸が共通で周りの単結晶より回転していることもある。あるいは少しか方位が異なる単結晶という場合もありうる。種の上にできる  $\text{GaN}$  が閉鎖欠陥集合領域Hであるから、条件によって閉鎖欠陥集合領域Hの構造が大幅に変化する。

【0192】〔ELOマスクと閉鎖欠陥集合領域種マスクとの併用1（同時的）〕ELO（Epitaxial Lateral Overgrowth）というのは、規則正しく小窓を配置したマスクを下地基板の上に付け小窓面に孤立した  $\text{GaN}$  層をエピタキシャル成長させ、 $\text{GaN}$  層がマスク厚みを越えると転位方向が横向きになり  $\text{GaN}$  層が隣接窓間の二等分線で相合したときに転位が衝突して消滅するようにしたもので、初期に転位を低減させることができる精妙な手法である。これは本発明者の先願である特願平9-2

98300号、特願平10-9008号にも書いてある。マスクを越えて横方向へ層を延ばし転位を横に走らせるからラテラルと呼び、マスクを越えて成長させるのでオーバークロスと呼ぶ。

【0193】ELOマスクは遮蔽部面積が広く開口部面積が狭く、小面積の小窓が規則正しくボツボツと開いているというようなネガ型のマスク（遮蔽部面積>50%）である。これもくまなく敷き詰めた正三角形の頂点に小窓を配置し、マスクパターンは六回対称とすることが多い。この点でこれまで述べた閉鎖欠陥集合領域H種の

【0194】しかし相違点が明確に存在する。ELOマスクにおいて、小窓は小さく小窓配列のピッチも細かい。小窓径も、ピッチも数μmの程度である。遮蔽部面積が広く開口部面積が狭いネガ型のマスク（遮蔽部面積>50%）である。

【0195】種パターンはより大きい種（直径：1μm～300μm）がくままばらに（50μm～2000μm）分布したようなパターンである。遮蔽部面積が狭く開口部面積が広いポジ型のマスク（遮蔽部面積<50%）である。このように形状、寸法が異なる。

【0196】作用も異なるので混同してはならない。そもそもELOは転位を消滅するのにが目的であり、閉鎖欠陥集合領域Hの種は積極的に閉鎖欠陥集合領域Hを形成するのが目的である。

【0197】種パターンは空白部（下地基板が露呈する部分）が広い。空白部にELOマスクを載せる。つまり下地基板は種パターンとその空白部に形成したELOマスクという2種類の別異のマスクによって覆われるということになる。まことに複雑で洗練された手法である（請求項99）。例えば図6（a）において、下地基板21の上に種23を6回対称に配置しているが、広い空白部19が残る。その空白部19にELOマスクを載せるというのである。マスク材料は同じものであっても構わない。SiO<sub>2</sub>、SiNや金属マスクを利用できる。マスク材料が同一なら一回の蒸着、フォトリソグラフィまたは印刷でマスクを形成できる。

【0198】そのような複合マスクの作用は別々のものである。ELOマスクでのGaN成長においては転位を横向きにして初期に転位を減らす作用がある。種マスクの種では、ビットと閉鎖欠陥集合領域Hが形成される。そのような作用は単に相加的である。しかし成長初期に転位が減少しており少なくなった転位を閉鎖欠陥集合領域Hが吸収し消滅、蓄積するので単結晶低転位隣伴領域Zと単結晶低転位余領域Yでの低転位化が一層推進される。

【0199】[ELOマスクと閉鎖欠陥集合領域種マスクとの併用2（経時的）]ELOマスクを、種の空白部19（図6（a））に設ける先述の方法はマスク形成、GaN成長が一度できるという利点がある。しかし種

23のない空白部19だけにELOマスクを付けるので成長条件が場所によって相違することになる。それが好ましくないという場合は、最初に下地基板の上にELOマスクを付けELO成長して薄い低転位GaN層を作りその上に種マスクを付けてファセット成長させるように2段階の成長をさせるとよい（請求項100）。下地基板の上にGaNの薄いバッファ層を成長させてからELOマスクを付けてもよい。その後ELO成長させ、種マスクを付けファセット成長させるのは同様である。

【0200】上記の方法では、最初に、下地基板の上、或いはGaNバッファ層を有する下地基板の上にELOマスクを形成する。これはSiNやSiO<sub>2</sub>の薄膜（100nm～200nm程度）を形成してくまなく並べた一辺が数μmの正三角形の頂点位置に小窓（円形、角型、矩型）をエッチング除去して形成する。その上にGaNバッファ層（80nm～130nm程度）を低温で気相成長させる。バッファ層は格子不整合を調整するための層である。その上にGaNエピタキシャル層を高温で気相成長させる。ラテラルオーバークロスによってGaN層を低転位化する。

【0201】その上に先述の種パターンを設ける。これは薄膜でも粒子でもよい。パターンサイズが大きいのでELOとは区別できる。種パターンを持つGaNエピタキシャル層の上にGaNを成長させると、種に続いてビットが形成されビットの底部には閉鎖欠陥集合領域Hが生成される。ビットの傾斜面の下には単結晶低転位隣伴領域Zができる。ビットとビットの間は上面成長とその下は単結晶低転位余領域Yが生成される。2段階の異なる低転位化のための成長を用いているからいっそうGaN結晶は低転位になる。

【0202】[ファセット面からなるビットの位置の制御法]種パターンを下地基板に（下地基板の上にGaNバッファ層を設けたものでもよい）配置しその上にGaNをファセット成長させると種の上に一体一対してビットが発生する。それは本発明の根本であってこれまでもたびたび説明した。図6（a）の種パターンと、（b）のGaN厚膜の配置を比較すればよく理解できる。

【0203】本発明は、下地基板の上に予めビット発生のための種を配置しその上からGaNを結晶成長させて、種の場所に優先的にビットを発生させる（請求項101）。

【0204】具体的には、パターンニングした非晶質、多結晶薄膜種を離散的に周期的に下地基板の上に配置しておきその上から窒化ガリウムを成長させ、薄膜種の上に優先的にビットを発生させる（請求項102）ことができる。それはパターンニングした非晶質多結晶薄膜種の上にGaN結晶成長させると種と下地基板余部分で成長の条件が異なり種部分での成長が遅延するから種底にビットが形成されるからである（請求項10



3)。

【0205】種となるものは金属、酸化物、窒化物など任意であり、薄膜であっても粒子であっても良い。下地基板とGaNパワ層の組み合わせで種を作り出すこともできる。これについては詳しく述べた。非晶質多結晶薄膜としては、SiO<sub>2</sub>膜、SiN膜が特に効果的である(請求項104)。種として微粒子を用いることもできる。下地基板あるいは下地基板の上に薄いGaNパワ層を設けたものの上に微粒子を規則正しく配置させることからGa-Nをファセット成長させる。そうすると微粒子の上その他の部位での成長条件が異なるから微粒子の上に底がくようなビットが優先的に形成される(請求項105)。

【0206】そのため微粒子としては異種金属の微粒子や、酸化物の微粒子を用いることもできる。またGa-N多結晶微粒子、Ga-N単結晶微粒子をも使うことができる(請求項106)。このように下地基板の上に空間的に規則正しく種を配置してその上にGa-Nをファセット成長させると種位置にビット底がくようになる。ビット位置を予め決めることができる。ビット底には閉鎖欠陥集合領域Hがあり、ビットの傾斜面(ファセット)の下には単結晶低転位隣領域Zがあり、ビットの外のC面成長平坦部下には単結晶低転位余領域Yがあるのだから、種の配置によってこれら3つの領域H、Y、Zを厳密に正しく与えることができる。

【0207】[平坦な窒化ガリウム基板の製造]従来のGaAs基板などに窒化ガリウム結晶を成長させる場合は例外無く平坦なC面成長を行っていた。C面成長の場合表面は綺麗な平坦面を保持して成長させていた。それは均一に大量の転位が分布し高転位のものであったが表面は平坦であった。先述のELO(Epitaxial Lateral Overgrowth)成長の場合も平坦C面成長であった。それであれば平坦面をそのまま利用するこ

【0208】しかし本発明者の先願(特開2001-102307号)はファセット成長を初めて提案した。本発明もファセット成長に加えて種の播種による閉鎖欠陥集合領域Hの創成をいう成長方法を提案する。その成長方法もファセット面を維持しながら成長させるもので、できた結晶の表面はファセット面からなるビットを数多く含む極めて凹凸に富む。そのままだ凹凸のためにデバイスを作ることができない。

【0209】だから本発明の方法で製造された窒化ガリウムは必ず機械加工し研磨しなければならぬ。機械加工し、研磨した窒化ガリウム基板は平坦面をもち、デバイス製造のためのウエハとすることができる。機械加工としては、スライス加工、研削加工、ラッピング加工などを用いる。それらをクレームしたのが請求項108~110である。さらに裏面に付いた下地基板はエッチングや研磨、機械研削などによって除去する必要がある。下地基板を除いた裏面も同様に平坦に研磨する。

【0210】本発明は、Ga-N結晶成長において、閉鎖欠陥集合領域Hを保持して成長させ、閉鎖欠陥集合領域Hの芯Sと結晶境界Kを転位の消滅場所、蓄積場所として利用することにより周囲の単結晶低転位隣領域Z、単結晶低転位余領域Yを低転位化し、得られたGa-N結晶を機械加工した後、研磨し、平坦な表面を有する基板とする(請求項108)。

【0211】或いは、本発明は、Ga-N結晶成長において、成長表面にファセット面からなるビットを形成し、ビット底に閉鎖欠陥集合領域Hを保持して成長させ、閉鎖欠陥集合領域Hの芯Sと結晶境界Kを転位の消滅場所、蓄積場所として利用することにより周囲の単結晶低転位隣領域Z、単結晶低転位余領域Yを低転位化し、得られたGa-N結晶を機械加工した後、研磨し、平坦な表面を有する基板とする(請求項109)。

【0212】機械加工の方法としては、スライス加工、研削加工、ラッピング加工のうち一つあるいは二つ以上の組み合わせとなる(請求項110)。本発明の結晶成長の下地基板としては、Ga-N、サファイヤ、SiC、スピネル、GaAs、Siなどの単結晶を用いることができる(請求項111)。

【0213】また、以上に述べてきた製造方法で、Ga-Nの結晶成長を実施する際に、Ga-N結晶を厚く成長させインゴットとし、当該結晶をスライス加工することにより多数枚の窒化ガリウム結晶を得ることもできる(請求項112)。さらには、既に本発明の方法により作成したGa-N基板を種結晶として、その上に厚く成長させることができる。この際、注目すべきは、種結晶の閉鎖欠陥集合領域Hの上には閉鎖欠陥集合領域Hが成長し、単結晶低転位隣領域Zや単結晶低転位余領域Yの上には単結晶低転位隣領域Zまたは単結晶低転位余領域Yが成長するという事実である。別の表現をから、種結晶の閉鎖欠陥集合領域Hの上にはファセット面からなるビットの底が形成され、そこには閉鎖欠陥集合領域Hが形成され、また、種結晶の単結晶低転位隣領域Zや単結晶低転位余領域Yの上にはファセット面からなるビットの斜面および水平なファセット面が形成され、単結晶低転位隣領域Zまたは単結晶低転位余領域Yが成長する。結局、このように種結晶として本発明によるGa-N結晶を用いて厚くGa-N結晶成長を実施した場合、前述のインゴットとほぼ同等なインゴットを得ることができる。多数枚のインゴットからスライス加工することにより、これら枚の窒化ガリウム結晶を得ることができる(請求項113、請求項114)。

【0214】[本発明の窒化ガリウム基板]本発明の結晶成長方法、製造方法によって作製された窒化ガリウム基板について述べる。機械加工研磨した後の基板であるから平坦であり、下地基板も除去されている。図7に本発明の下地基板除去・平坦化後のGa-N基板を示す。これはCL(カソードルミネセンス)による観察像を斜視

図にして分かりやすく示したもので肉眼視像でも顕微鏡像でもない。肉眼でみれば単に透明のガラスのようなものである。

【0215】規則正しくパターンが並んでいる。同心円状の繰り返しパターンである。中心の黒い部分が閉鎖欠陥集合領域Hである。これはピット底に連続して成長する部分であり芯とそれを囲む結晶粒界Kからなる。結晶粒界Kと芯Sあるいは結晶粒界Kが転位の消滅、蓄積場所となっている。ピットは種に続いて形成される。種を下地基板へ規則正しく配置したので閉鎖欠陥集合領域H自体が規則正しく配列している。

【0216】この状態では基板を平坦に研磨したのでピットは存在しない種もない。上下方向中間部の閉鎖欠陥集合領域Hだけが残る。閉鎖欠陥集合領域Hを同心状に囲む白地の部分が単結晶低転位隣接領域Zである。ピットの傾斜壁として成長した部分である。即ち、過去においてピットの傾斜壁であった部分である。ピットは機械研磨などで除去しているから存在しないがその履歴にあたる部分が単結晶低転位隣接領域Zなのである。

【0217】単結晶低転位隣接領域Zは円状（十二角、六角）でありほぼ同一の寸法であるが、隣接した部分の間の単結晶部が単結晶低転位余領域Yである。単結晶低転位余領域Yも単結晶低転位隣接領域Zの低転位であり単結晶でありC面を表面とする。しかしL像では明確な相違があって明度の差となって現れる。

【0218】本発明の窒化ガリウム基板は、基板表面において一部に閉鎖欠陥集合領域Hを有し、その周囲に単結晶の低転位領域（Y、Z）を有する（請求項1）ものである。

【0219】それは $H+Y+Z$ よりなる基本組織体一単位にすぎない。一単位で小片に切断すればそうになるし、ピット径が大きくて基板全体にピットを一つだけ形成したという場合もそうになる。

【0220】或いは、本発明の窒化ガリウム基板は、基板表面において一部に閉鎖欠陥集合領域Hを有し、その周囲に単結晶の低転位領域（Y、Z）を有する基本組織体（ $H+Y+Z$ ）を一単位として複数の基本組織体からなるものである（請求項2）。以上が本発明の単結晶窒化ガリウム基板の基本である。

【0221】「閉鎖欠陥集合領域Hの種類」これまでにみたがび述べているが閉鎖欠陥集合領域Hには多様性がある。多結晶であることもあり、単結晶である場合もある。単結晶でも周囲の単結晶（Y、Z）と結晶方位が異なる。異なるといっても一筋縄ではゆかない。周囲単結晶と $<0001>$ 軸を共通にしてその軸回りに回転した単結晶のことである。 $<0001>$ 軸が反転している場合もある。さらに周囲の単結晶から結晶方位がわずかにずれている場合もある。

【0222】A、多結晶の場合（請求項3）閉鎖欠陥集合領域Hが多結晶で、周囲の部分（Z、Y）は低転位の

単結晶である。その場合は方位が違うから周囲部分との間に結晶粒界Kが明白に存在する。

【0223】B、周囲の単結晶部と結晶方位の異なる単結晶の場合閉鎖欠陥集合領域Hが、単結晶であるが周囲の単結晶部と結晶方位が違う1個以上の結晶粒からなることもある（請求項4）。

【0224】閉鎖欠陥集合領域Hが、周囲の単結晶部とは $<0001>$ 軸のみ合致するが残りの3軸方向が異なる結晶方位の1個以上の結晶粒からなることもある（請求項5）。

【0225】閉鎖欠陥集合領域Hの結晶方位が、周囲の単結晶部とは $<0001>$ 軸方向の結晶方位が $180^\circ$ 異なり、極性が反転した単結晶領域からなる場合、有効である。また、その場合の閉鎖欠陥集合領域Hは単結晶以外でもよく、 $<0001>$ 軸方向の結晶方位が $180^\circ$ 異なった1個以上の結晶粒であってもよい。

【0226】その場合は結晶粒界Kを境界として内外で（ $0001$ ）Ga面と（ $000-1$ ）N面が逆になっている。Ga Nは反転対称性がないので、 $[0001]$ と $[000-1]$ 面は相違する。

【0227】閉鎖欠陥集合領域Hが、周囲の単結晶部とは微傾斜した結晶方位をもつ1個以上の結晶粒からなることもある（請求項14）。

【0228】閉鎖欠陥集合領域Hが、周囲の単結晶部とは面状欠陥で仕切られている場合もある（請求項8）。

【0229】閉鎖欠陥集合領域Hが、周囲の単結晶部とは線状欠陥集合体で仕切られている場合もある（請求項9）。

【0230】C、周囲の単結晶部と結晶方位が同一である場合閉鎖欠陥集合領域Hが、周囲の単結晶部と結晶方位が同一である単結晶であるが、周囲の単結晶部とは面状欠陥で仕切られている場合もある（請求項10）。

【0231】閉鎖欠陥集合領域Hが、周囲の単結晶部と結晶方位が同一である単結晶であるが、周囲の単結晶部とは線状欠陥集合体で仕切られている場合もある（請求項11）。

【0232】「閉鎖欠陥集合領域Hの内部構造」閉鎖欠陥集合領域Hの内部には特に結晶欠陥が多い。転位群の集合や、面状欠陥が形成されることもある。境界である結晶粒界Kが面状欠陥、線状欠陥の集合体であることもあり、内部の芯Sが面状欠陥、線状欠陥の集合体であることもある。

【0233】本発明の閉鎖欠陥集合領域Hは、周囲の単結晶領域（Z、Y）とはその境界部において面状欠陥で仕切られ、内部は結晶欠陥を含む結晶領域となっている（請求項12）。

【0234】或いは、本発明の閉鎖欠陥集合領域Hは、周囲の単結晶領域（Z、Y）とはその境界部において線状欠陥の集合体で仕切られ、内部は結晶欠陥を含む結晶領域となっている（請求項13）。

【0235】本発明の開閉欠陥集合領域Hの芯Sに含まれる結晶欠陥は、線状欠陥あるいは面状欠陥であることが多い(請求項15)。

【0236】[開閉欠陥集合領域Hの形状] 開閉欠陥集合領域Hの直径は $1\mu\text{m}$ ~ $200\mu\text{m}$ である(請求項16)。それは種の直径によって簡単に制御することができる。

【0237】基板表面において開閉欠陥集合領域Hがドット状に存在していることがある。その直径は $5\mu\text{m}$ ~ $70\mu\text{m}$ であって(請求項115)、実際上は $20\mu\text{m}$ ~ $70\mu\text{m}$ が好ましい(請求項17)。ドット状というのは単に孤立して点存在ということを表したことであり、形状を限定していない。その形状については、

【0238】基板表面において、開閉欠陥集合領域Hが不定形である(請求項18)こともある。

【0239】基板表面において、開閉欠陥集合領域Hが円形である(請求項19)こともある。

【0240】基板表面において、開閉欠陥集合領域Hが角形である(請求項20)こともある。

【0241】開閉欠陥集合領域Hの形状は、種の形状、結晶成長条件、制御状況などによって変わる。

【0242】[転位密度の分布] 本発明の窒化ガリウム基板において転位密度を評価した。単結晶低転位隣接領域Z、単結晶低転位余領域Yにおいて平均の貫通転位密度は、 $5\times 10^5\text{ cm}^{-2}$ 以下であった(請求項21)。

【0243】さらに細かく見てゆくと、開閉欠陥集合領域Hの極大近傍(単結晶低転位隣接領域Z)の $30\mu\text{m}$ 以内の領域では、貫通転位密度のやや高い $1\times 10^6\text{ cm}^{-2}$ ~ $3\times 10^7\text{ cm}^{-2}$ の領域が観察されることがある(請求項22)。しかし、これから離れると極めて転位密度の低い $10^5\text{ cm}^{-2}$ 台程度以下の領域が見られる。低いところでは $5\times 10^4\text{ cm}^{-2}$ の領域も見られた。

【0244】平均転位密度は開閉欠陥集合領域Hから離隔するにしたがって低減するという傾向が見られる(請求項24)。これは、開閉欠陥集合領域Hの転位の閉じ込めが完全ではなく、Hからの転位のほどけの発生が見られる為である。

【0245】これら転位密度は、透過電子顕微鏡(TEM)、カソードルミネセンス(CL)、エッチビット密度(EPD)測定などによって評価することができる。

【0246】[基板の方位] 本発明による転位低減の効果は、窒化ガリウムの成長方向が<0001>方向であるときに特に顕著である。つまり平均的な成長方向が(0001)面であり、かつC面を表面とするように切りだした場合に表面の転位密度減少が顕著に現れる(請求項24)。その場合最終的な窒化ガリウム基板の表面はC面(0001)である。

【0247】[転位の延長方向] 本発明の単結晶窒化ガ

リウム基板は、平均的な成長方向がc軸方向である場合、表面にはファセット面からなるビットを数多く形成し維持しながら成長させる。ビット底には開閉欠陥集合領域Hを伴う。ファセット面は面に直交する方向に成長し転位はビット中心にむかってC面に平行に移動するから中心へ集束する。ファセット面よりなるビットは転位求心作用(Centripetal Function)がある。そのメカニズムによって転位を中心の開閉欠陥集合領域Hに集中させる。だから周りの単結晶低転位隣接領域Zでは大部分の転位はC面平行で開閉欠陥集合領域Hにむかう求心の分布(Centripetal Distribution)をする(請求項28)。

【0248】[開閉欠陥集合領域Hの延長方向] 本発明の単結晶窒化ガリウム基板は、平均的な成長方向がc軸方向である場合、開閉欠陥集合領域Hは結晶内部でc軸方向に長く伸びて存在する(請求項29)。つまり開閉欠陥集合領域Hは基板厚みを横断している。それは成長時において、開閉欠陥集合領域Hも成長方向に平行に伸びるからである。だから平坦なGaN基板の表面が(0001)面(C面)であるとき、開閉欠陥集合領域Hは基板表面に垂直に伸びている(請求項30)。

【0249】本発明の結晶成長は表面にファセット面からなるビットを数多く形成し維持しながら成長させるので凹凸がある。だから機械研削し研磨して平坦平滑面をもつ基板に加工する必要がある。平均的な成長方向がc軸方向である場合、そうしてできた平面状基板は(0001)面を表面とする窒化ガリウム基板である(請求項31)。もちろん開閉欠陥集合領域Hが多結晶となる場合、その部分だけは多結晶となる。また、開閉欠陥集合領域Hが周囲の単結晶領域とc軸方向に $80^\circ$ 反転している場合には、その部分だけは(000-1)面、すなわちGa面となる(請求項25、請求項26)。その場合は、研磨完了した段階で開閉欠陥集合領域Hにおいて段差が生じ、若干低くなる(請求項27)。これは、研磨のされやすさの相違のためであると考えられる。

【0250】[開閉欠陥集合領域Hのパターン] たびたび述べたが、開閉欠陥集合領域Hの周期的規則的分布のパターンをここで繰り返し説明する。

【0251】本発明のGaN結晶は、表面に垂直に伸び欠陥を多数含む開閉欠陥集合領域Hとこれを同心球に包囲する単結晶低転位隣接領域Zとその外側にある余空間である単結晶低転位余領域Yとからなる基本組織体を一単位としている。一単位でもよいが、これを規則正しく多数配列したのも本発明のGaN基板(請求項32)である。

【0252】二次元的に規則正しく配列するパターンは4つある。ア、6回対称(図8)、イ、4回対称(図9)、ウ、2回対称(図10)、エ、3回対称の4つである。これまでア〜ウについては繰り返し説明したが、

エもあり得るのでここでは可能な全ての配列について述べる。

【0253】[ア、六回対称パターン(図8、請求項3、34、35)] 閉鎖欠陥集合領域Hとその周囲の単結晶低転位随伴領域Z、Yとからなる基本組織体を一単位として六回対称に、つまり隈無く敷き詰めた正三角形の頂点に閉鎖欠陥集合領域Hがくるように配列したものである。これは最稠密配列である(請求項33)。ピットは120°角で最密には円でないが以下の説明では簡単に円だとして述べる。隣接ピットは外接するとして説明する。

【0254】正三角形の辺の方向つまり最短ピッチpの方向が<110>方向となるようにできる(請求項34; 図8(b))。ピット直径をdとするとピッチはp=dである。劈開したとき閉鎖欠陥集合領域Hの間隔hを広くできる。GaAsの劈開面はM面[110]であるが方向にすると<11-20>である。<11-20>方向に切断したとき、ピットの直径をdとすると、閉鎖欠陥集合領域Hの間隔は、 $h=3^{1/2}d$  となることである。劈開と直交する方向の繰り返しピッチqは狭い。q=dである。

【0255】正三角形の辺の方向つまり最短ピッチpの方向が<11-20>方向となるようにできる(請求項35; 図8(a))。ピッチはp=dである。劈開(<11-20>方向に切断した)ときの閉鎖欠陥集合領域Hの間隔hが狭い。閉鎖欠陥集合領域Hの間隔は、 $h=d$  となる。しかし劈開面に直交する方向の繰り返しピッチqを大きくできる。q=3<sup>1/2</sup>dである。

【0256】H、Z、Yの断面積を比較する。単結晶低転位随伴領域Zと単結晶低転位余領域Yの比はパターンが決まれば決まる。しかし同心のZとHの比はそれでは決まらない。ZとHの半径の比をξとする(ξ>1)と、

$$\begin{aligned} \text{【0257】 } Z:H &= \xi^2 - 1 : 1 \\ Y:(H+Z) &= 2 \times 3^{1/2} - \pi : \pi = 1 : 10 \end{aligned}$$

【0258】である。単結晶低転位余領域Yが最も狭くなるパターンである。単結晶低転位余領域YはC面成長した部分であり伝導率が低い。単結晶低転位余領域Yの比率が低いので導電性基板としての用途に向いている。

【0259】[イ、四回対称パターン(図9、請求項36、37、38)] 閉鎖欠陥集合領域Hとその周囲の単結晶低転位随伴領域Z、Yとからなる基本組織体を一単位として四回対称につまり隈無く敷き詰めた正方形の頂点に閉鎖欠陥集合領域Hがくるように配列したものである(請求項36)。

【0260】正方形の辺の方向が<110>方向となるようにできる(請求項37; 図9(a))。ピット直径をdとするとピッチはp=dである。劈開したとき(<11-20>方向に切断したとき)の閉鎖欠陥集合領域Hの間隔hは狭い(h=d)。劈開と直交する方向

の繰り返しピッチqも狭い(q=d)。

【0261】正方形の対角線の方向が<1100>方向となるようにできる(請求項38; 図9(b))。ピット直径をdとするとピッチはp=dである。劈開したとき(<11-20>方向に切断したとき)の閉鎖欠陥集合領域Hの間隔hは広い(h=2<sup>1/2</sup>d)。劈開と直交する方向の繰り返しピッチqも広い(q=2<sup>1/2</sup>d)。

【0262】H、Z、Yの断面積を比較する。

$$\begin{aligned} \text{【0263】 } Z:H &= \xi^2 - 1 : 1 \\ Y:(H+Z) &= 4 - \pi : \pi = 1 : 3.66 \end{aligned}$$

【0264】である(ξはZとHの半径の比)。単結晶低転位余領域Yがより広くなる。閉鎖欠陥集合領域Hの間隔も広がり正方形チップのデバイスを作製するのに好適のものとなる。

【0265】[ウ、二回対称パターン(図10、請求項39、40、41)] 閉鎖欠陥集合領域Hとその周囲の単結晶低転位随伴領域Z、Yとからなる基本組織体を一単位として二回対称につまり隈無く敷き詰めた長方形の頂点に閉鎖欠陥集合領域Hがくるように配列したものである(請求項39)。長方形の長辺と短辺の比をζとする(ζ>1)。

【0266】長方形の短辺の方向が<11-20>方向となるようにできる(請求項41; 図10(a))。ピット直径をdとすると短辺方向のピッチはp=dで、長辺方向のピッチはζdである。劈開したとき(<11-20>方向に切断したとき)の閉鎖欠陥集合領域Hの間隔hは狭い(h=d)。劈開と直交する方向の繰り返しピッチqは広い(q=ζd)。

【0267】長方形の短辺の方向が<1100>方向となるようにできる(請求項40; 図10(b))。ピット直径をdとすると短辺方向のピッチはp=dで、長辺方向のピッチはζdである。劈開したとき(<11-20>方向に切断したとき)の閉鎖欠陥集合領域Hの間隔hは広い(h=ζd)。劈開と直交する方向の繰り返しピッチqは狭い(q=d)。H、Z、Yの断面積を比較する。

$$\begin{aligned} \text{【0268】 } Z:H &= \xi^2 - 1 : 1 \\ Y:(H+Z) &= 4\zeta - \pi : \pi = 1 + 4.66(\zeta - 1) : 3.66 \end{aligned}$$

【0269】である(ξはZとHの半径の比)。単結晶低転位余領域Yがさらにより広くなる。閉鎖欠陥集合領域Hの間隔も広がり正方形チップ、長方形チップのデバイスを作製するのに好適のものとなる。

【0270】[エ、三回対称パターン] 閉鎖欠陥集合領域Hとその周囲の単結晶低転位随伴領域Z、Yとからなる基本組織体を一単位として三回対称につまり隈無く敷き詰めた正六角形の頂点に閉鎖欠陥集合領域Hがくるように配列したものである。これは図8の構造において一つおきに基本組織体を除去したもので疎配列である。

【0271】正六角形の辺の方向つまり最短ピッチpの方向が<1100>方向となるようにできる。正六角形の辺の方向つまり最短ピッチpの方向が<11-20>方向となるようにできる。

【0272】H、Z、Yの断面積を比較する。単結晶低転位伴領域Zと単結晶低転位余領域Yの比はパターンが決まれば決まる。しかし同心のZとHの比はそれでは決まらない。ZとHの半径の比を $\xi$ とする( $\xi > 1$ )と、

$$Y : (H+Z) = 3 \times \xi^{2/3} - \pi : \pi = 1 : 1.5$$

【0274】である。単結晶低転位余領域Yが広がるパターンである。六回対称のものの6倍程度である。単結晶低転位余領域Yは低転位で単結晶であるからこれが広いと余裕をもってデバイス作製をすることができる。

【0275】「閉鎖欠陥集合領域Hの間隔」本発明の窒化ガリウム基板において、閉鎖欠陥集合領域Hの中心間距離は、 $50\mu\text{m} \sim 2000\mu\text{m}$ である(請求項42)。これはビット形成上の制約からくるものである。

【0276】「閉鎖欠陥集合領域Hが基板を貫通すること」本発明の窒化ガリウム基板において、閉鎖欠陥集合領域Hはc軸方向に長く伸びている。閉鎖欠陥集合領域Hが基板を貫通して存在する(請求項43)。

【0277】c軸方向の結晶成長の場合、閉鎖欠陥集合領域Hはc軸方向に伸びる。C面を表面とする基板の場合、閉鎖欠陥集合領域Hが厚さ方向に基板を貫通する(請求項44)。

【0278】以上に説明した単結晶窒化ガリウム基板を用いて半導体レーザーデバイスを作製することができる。非常に低転位であり、導電性の基板であるから長寿命の高性能レーザーができる。

【0279】窒化ガリウムの成長方法については、すでに説明したように、HVPE、MOCVD法、MBE法、MOC法、昇華法がある。本発明の方法はどの製造方法を用いても実施することができる。

【0280】

【実施例】「実施例1」(サファイヤ基板、図11) 本発明のGaN基板を製造する方法(実施例1)を述べる。製造工程を図11に示した。下地基板としてサファイヤC面基板51を使用した。図11(1)はサファイヤ基板51を図示している。サファイヤは三方晶系(Trigonal symmetry)であり、GaNは六方晶系に属する。既に実用化されているLED、LDでは専らサファイヤC面基板が用いられている。

【0281】サファイヤ基板51に、予めMOCVD法(有機金属CVD法)によって、厚さ約 $2\mu\text{m}$ のGaNエビ層52を設けた。表面はだからGaNのC面になる。

【0282】GaNエビ層52の上面に、厚さ $100\text{nm}$ のSiO<sub>2</sub>膜を一樣に成膜した。これは種53を規則

正しくGaNエビ層52の上に設定するためのものである。フォトリソグラフィによって所望の種パターン53を形成した。種パターンはマスクと呼ぶこともある。種パターン53は、同一サイズの正三角形を一边の方向が<11-20>(a方向)となるようにくまなく敷き詰めてその正三角形の頂点に位置するように多数の円形部53を残しそれ以外の部分を除去したパターンである。円形部が種53となる。正三角形の配置は図8、図9に示すような六回対称の配置となる。それはC面上のGaNが六回対称であることに対応する。その状態を図11(3)に示す。

【0283】種パターンは六回対称であるが、円形部分の直径と、円形のピッチを変化させた次の4種類のパターンA、B、C、Dとした。それぞれの種パターンの円形部の直径と、円形部のピッチ(正三角形辺長)は次のようである。

【0284】パターンA 円形部径  $50\mu\text{m}$ ; 正三角形辺長  $400\mu\text{m}$

パターンB 円形部径  $200\mu\text{m}$ ; 正三角形辺長  $400\mu\text{m}$

パターンC 円形部径  $2\mu\text{m}$ ; 正三角形辺長  $20\mu\text{m}$

パターンD 円形部径  $300\mu\text{m}$ ; 正三角形辺長  $2000\mu\text{m}$

【0285】それぞれの種パターンA、B、C、Dをもつ試料をサンプルA、B、C、Dと呼ぶことにする。

【0286】(1) サンプルA、サンプルBの成長 種パターンAをもつサンプルAと、種パターンBを持つサンプルBの上にGaN結晶を成長させた。成長法としてはHVPE法を用いた。縦長の反応炉は内部上方にGaメタルを収容したバリアポートを有し下方には、基板を上向きに設置したサセプタが設けられる。サセプタの上に基板を設置する。ここでは、サンプルAとサンプルBをサセプタに載せて同じ条件でGaN成長させる。

【0287】反応炉の上方から水素ガス( $\text{H}_2$ )と塩化水素( $\text{HCl}$ )ガスをGaポートに供給するようにしており、アンモニアガス( $\text{NH}_3$ )と水素ガスをサセプタに載せた基板の直近へ供給できるようになっている。水素ガスはキャリアガスである。

【0288】実施例1では、反応炉は常圧としてGaポートは $800^\circ\text{C}$ 以上に加熱した。サファイヤ基板は $1050^\circ\text{C}$ に加熱した。GaとHClでGaClが合成される。GaClが下降して基板付近に至りアンモニアガスと反応する。反応生成物であるGaNが、GaNエビタキシャル層52と種53の上に堆積する。

【0289】エビ層の成長条件は次の通りである。

成長温度  $1050^\circ\text{C}$   
 $\text{NH}_3$ 分圧  $0.3\text{atm}$  ( $30\text{kPa}$ )  
 $\text{HCl}$ 分圧  $0.02\text{atm}$  ( $2\text{kPa}$ )  
 成長時間  $10\text{時間}$

【0290】この成長の結果、パターンA、パターンBの上に、1200 $\mu$ m厚みのGa<sub>0.5</sub>Nエピ層をもったサンプルA、サンプルBが得られた。図11(4)はその状態を示している。

【0291】[サンプルAの観察(SEM、TEM、CL)] まずサンプルAについて観察した。サンプルAは、逆12角錐のファセット面56からなるビットを一面に有している。ファセット面56からなるビットは基板上に規則正しく配列していることが顕微鏡観察によって分かった。

【0292】ビットの配列の規則性は初めのマスク(種パターン)と一致していた。しかもファセット面56よりなるビットの中心59の位置は初めにGa<sub>0.5</sub>N層の上に与えた円形部(種)の位置と正確に一致していた。それは種53の直上がビット中心59だということである。ビット中心59は正三角形を敷き詰めたパターンの頂点に並ぶようになる。その正三角形は一辺が400 $\mu$ mであった。

【0293】サンプルAの表面に現れるビットの直径は約400 $\mu$ mであった。それは円形部の配列のピッチ(正三角形の一辺の長さ)と等しい。ということは種パターン53(S10<sub>2</sub>)の上にビットが円錐状に成長したということである。さらに隣接した種から成長したビットは互いに接触している事も分かった。

【0294】くまなく敷き詰めた繰り返し正三角形の頂点にかきながら設けた種(円形部)53を中心としてファセット面56よりなるビットが成長しているということである。図11(4)において、種53の上に描り鉢状のビットが存在する。描り鉢状ビットの底59は先述の閉鎖欠陥集合領域55(H)となっている(閉鎖欠陥集合領域55の周囲の境界線60が結晶粒界となる)。隣接ビットの継ぎ目には平坦部57が存在する。継ぎ目平坦部分(2面)57は基板面から円形ビットを除いた十字型の部分である。

【0295】理解を進めるように結晶内部とビットの関係について予め結論を述べる。結晶の内部には、種53の上に成長した部分とそうでない部分がある。種53の上に成長した部分が閉鎖欠陥集合領域55とビット底59である。これが最も成長の遅れる部分である。だからビットの底59が閉鎖欠陥集合領域55となり成長が持続するとその上下が全部閉鎖欠陥集合領域となるのである。種53(S10<sub>2</sub>)はGa<sub>0.5</sub>Nでなくから成長が遅くなりそのためここがビットの底59になるのである。ビットは欠陥を集めながら成長が進行するので、成長の最も遅い種直上部分に欠陥が集合して閉鎖欠陥集合領域55となるのである。つまり結晶に表面のビット底59と、閉鎖欠陥集合領域55と、種53が上下に一对一の対応をするのである。

【0296】さらにビットの傾斜面の直下に成長した部分が単結晶低転位隣接領域54(Z)に該当する。その

部分Zは単結晶になっている。上下方向に種周囲—単結晶低転位隣接領域Z54—ビット傾斜壁56という対応がある。ビットとビットの継ぎ目に僅かに平坦部57が残る。平坦部57の直下が単結晶低転位領域58となる。その部分も単結晶である。上下方向に種隙間—単結晶低転位領域58—平坦部57というような対応関係がある。

【0297】顕微鏡観察によれば、12角形のビット間の隙間の部分の平坦部57は全て鏡面状の(0001)面となっていた。ビット内部の傾斜面(ファセット面)は{11-22}面、{1-101}面の集合となっていた。さらにビットの底にはやや角度の浅いファセット面59が存在している事が分かった。サンプルA(種)、{1-100}劈開面で劈開した。劈開面に現れるビットの断面を観察した。断面観察は、走査型電子顕微鏡(SEM)とカソードルミネセンス(CL)によって行った。

【0298】この観察の結果ビット底59の下には、ある程度の幅をもってC軸方向(成長方向)に伸びている、他の部分と区別できる部分があることが分かった(後に閉鎖欠陥集合領域と命名する部分)。その区別可能な成長方向に伸びる部分(閉鎖欠陥集合領域H)は直径が400 $\mu$ m程であって、CLによって、他の領域に比べて暗いコントラストになった。この部分は明確に他の部分と区別できた。さらに模様部分で劈開することによって、この区別可能なC軸方向延長部分が三次元的に柱状に存在している事が分かった。

【0299】さらにビット底59に続く柱状の部分にCL(カソードルミネセンス)とTEM(透過電子顕微鏡)によってより詳細に分析した。その結果転位の様子が他の部分と著しく相違する事が分かった。つまり暗い線状の境界線60によって囲まれた部分(閉鎖欠陥集合領域)は数多くの転位が存在した。転位密度で10<sup>8</sup>~10<sup>9</sup>cm<sup>-2</sup>もの高転位密度であった。さらに暗い線状の境界線60(後に結晶粒界Kであることがわかる)は転位の集合体であることが分かった。

【0300】境界線60(結晶粒界K)によって囲まれる部分55は結晶欠陥の集合であることもわかった(これが芯Sに対応する)。結晶成長の方向に伸びる三次元的な構造をもつこの領域55は結晶欠陥を多数もっており、明確な境界線60で囲まれている。そこでその部分55を芯Sと呼ぶ。欠陥を含む芯Sとそれを囲む欠陥集合体である境界線(結晶粒界K)を併せて閉鎖欠陥集合領域Hと呼ぶことにした(H=K+S)。閉鎖欠陥集合領域はその他の部分よりずっと欠陥密度が高い結晶の性質も相違している。そこでここを他から区別することが重要である。

【0301】閉鎖欠陥集合領域は図11(3)の種53の上にできるから閉鎖欠陥集合領域の位置を積極的に制御する事が可能である。この制御可能性が広い用途を展

望を本発明に与えている。

【0302】目を閉鎖欠陥集合領域Hの外側に転じよう。暗い境界線（結晶粒界K）の外側の領域においては、転位密度は極めて低い。つまり境界線を境に転位密度は著しい非対称性を示す。境界線より外側は低転位密度になっており、境界線の極近くでは、 $10^4 \sim 10^5 \text{ cm}^{-2}$  の中程度の転位密度の部分が存在する。しかし境界線から離れるにしたがって転位密度は減少してゆく。境界線から $100 \mu\text{m}$ 程度も離れると、転位密度は $10^4 \sim 10^5 \text{ cm}^{-2}$  にも低下している。場所によ

っては境界線の近くでも転位密度は $10^4 \sim 10^5 \text{ cm}^{-2}$  である部分もある。境界線の外部ではこのようにピットの中心59から離れるに従って転位密度は下がってゆく。

【0303】その部分の転位は少ないがその延長方向はほとんどがC面に平行である。C面に平行であってしかもそれは中心の閉鎖欠陥集合領域の方向へ伸びる傾向がある。しかも閉鎖欠陥集合領域外部の転位密度は初めかなり高いが、成長とともに転位密度が低くなってゆくことがわかる。つまり境界線外部において積層の初期と終

期を比較すると転位密度が徐々に減少していつていることがわかる。しかも境界線外部は単結晶であることがわかった。

【0304】つまりそれらの事実はこういうことを示唆している。境界線の外側の欠陥は成長とともにファセット面によって中央部（閉鎖欠陥集合領域）へと掃きよせられて、境界線に蓄積される。そのために外部での転位密度は減少し、境界線での転位密度は高いのである。境界線からさらに欠陥が内部の芯Sにまで入る。これら転位欠陥の境界線部と芯Sにおける存在比率等、詳しいことはまだわかっていない。

【0305】境界線の外部といっても煩雑であるから、その性質をとって単結晶低転位領域と呼ぶことにしたい。しかし境界線外部といっても二つの区別できる領域がある。つまりピットの傾斜壁56が通過した部分54と、ピットの隙間の平坦部57が通過した部分58は相違するものである。ピット傾斜壁56直下部分54はファセットに従って成長したことによって低転位になっている。だからここでは「単結晶低転位隣伴領域Z」と呼ぶことにする。ファセットに隣伴するから隣伴領域と呼ぶのである。この部分は閉鎖欠陥集合領域に隣伴する部分であるから閉鎖欠陥集合領域が高密度に（種が高密度に）存在することによって増える部分である。

【0306】平坦な部分57（C面に平行な鏡面部分）の直下の部分58は最も低転位であって綺麗な結晶質の領域である。これはファセット面が通過した部分でないがファセット面の影響によって低転位化した部分である。ファセットは円形や12角形をして上へ伸びてゆくからどうしても余分の部分が残る。同等の正三角

形によって平面を覆うこともできる。

【0307】しかし正12角形や円形によっては平面をくまなく覆うという事はできない。どうしても一部が残ってしまう。同一寸法の円形を隣接するように敷き詰めたとしても十字形の部分が残る。そのような部分は平坦部57の下58になるがやはり低転位であり単結晶であることがわかった。ファセットの外側にあるのここは「単結晶低転位余領域Y」と呼ぶことにする。「余」というのはファセットの残りの部分ということである。この部分は、閉鎖欠陥集合領域が存在するに従って面積が減少する。その点で先ほどの単結晶低転位隣伴領域Zとは違う。しかし結晶が低転位であり単結晶である点は共通である。

【0308】つまり全GaNの表面Tは、閉鎖欠陥集合領域H、単結晶低転位隣伴領域Z、単結晶低転位余領域Yの合計であり、閉鎖欠陥集合領域は芯Sと結晶粒界Kの和である。

【0309】 $T = H + Z + Y$ 、 $H = S + K$

【0310】こうして用語を定義して結晶の区別をした。これによって本発明のGaN結晶の構造がより明確になった。

【0311】さらにこの閉鎖欠陥集合領域Hと、ピット内のファセット面56の関係について詳細に検討した。このピットを形成するファセット面は{11-2}面、{1-101}面が主流となっており、ピットの底59はこれらのファセット面56に対してやや角度の浅いファセット面59が存在している。このことは先に述べている。浅いファセット面59は何か？ということである。

【0312】調査の結果、より浅い部分により結晶成長がなされた部分が閉鎖欠陥集合領域Hに当たるという事が分かった。角度の浅いファセット面59と角度の深いファセット面56の境界に続くのが閉鎖欠陥集合領域Hの境界である結晶粒界K(60)である。サンプルAの場合角度の浅いファセット面が閉鎖欠陥集合領域Hを形成するということがハッキリした。

【0313】さらに角度の浅いファセット面59は、ピット底の両側から形成されている。角度の浅いファセットは周辺部ではc軸方向に伸びて結晶粒界Kになっている。角度の浅いファセット面は中心部ではc軸方向にのびて芯Sになる。両方併せて閉鎖欠陥集合領域Hとなる。芯Sの部分で転位密度が高い。ファセット面{11-2}面、{1-101}面によってピット中央に集められた転位は閉鎖欠陥集合領域Hの芯Sに蓄積される。それによって周辺部が低転位の単結晶低転位隣伴領域Z、単結晶低転位余領域Yとなる。

【0314】本発明は常にファセットを保持しながら成長させることによって、閉鎖欠陥集合領域Hがファセットの底に付随し、しかも欠陥を結晶粒界Kに収束させる

ことが明らかになってきた。一部は芯Sにも集積しているのかもしれない。そのようにして本発明の成長方法はフアセット面によって閉鎖欠陥集合領域の周囲の部分の転位を低減していることがわかる。

【0315】「サンプルBの観察（SEM、TEM、CL）」サンプルBについてもSEM、TEM、CLによって観察した。その結果は似たようなものである。しかしサンプルBでは閉鎖欠陥集合領域Hの大きさが180  $\mu\text{m}$ と大きかった。サンプルAでは閉鎖欠陥集合領域直径が40  $\mu\text{m}$ であったからそれは直径で4倍以上、面積が20倍になる。閉鎖欠陥集合領域Hの形状は断面形状は不定形であり、三次元的には柱状である。

【0316】さらにサンプルBの閉鎖欠陥集合領域Hを詳細に調べた。閉鎖欠陥集合領域Hには、周囲の単結晶領域Z、Yに対して微傾斜している事が分かった。閉鎖欠陥集合領域Hの内部において、幾つかの結晶方位の異なる部分領域があることもわかった。部分領域の結晶方位はそれぞれ微傾斜している。サンプルBの閉鎖欠陥集合領域Hは、転位欠陥や、面状欠陥を含み、微傾斜したグレインを含むという事も分かった。

【0317】（サンプルA、サンプルBの加工）サンプルA、サンプルBの基板を研削加工した。裏面のサファイア基板を研削加工で削り落とした。その後表面を研削加工して、平坦な基板状とした。そのあと研磨加工して、平坦な表面を有するGaN基板とした。直径1インチ程度の大きさのGaN基板が得られた。図11(5)のような形状になる。フアセットがないが、フアセット中心部の直下は閉鎖欠陥集合領域H(55)に、フアセット壁の下は単結晶低転位隣伴領域Z(54)に、平坦部(56)の直下部分は単結晶低転位余領域Y(58)になっている。結晶粒界Kが境界60を与える。図11(5)は断面図だから区別して描いているが、肉眼でみた場合ガラス板のように一様な透明にすぎない顕微鏡でもそのような違いは分からない。

【0318】このGaN基板は、表面を(0001)面、C面とする基板である。基板自体は透明で平坦である。しかし基板表面のCL像を観察すると、結晶成長の履歴がコントラストとして観察できる。GaNのバンド端に近い波長の360 nmの光でCL観察すると、閉鎖欠陥集合領域が400  $\mu\text{m}$ ピッチで規則正しく並んでいるという事が分かった。これはマスク53のピッチと同じである。

【0319】また閉鎖欠陥集合領域Hは暗いコントラストとして見える事が多いが、場所によっては明るいコントラストとなる。必ずしもそれらの性質が一致しないことがある。明るい、暗いといってもCL像のことであり肉眼観察では全く一様であり透明平坦である。顕微鏡観察でも透明であり平坦である。CL像として初めて明るい、暗いという差異が出てくるのである。

【0320】しかしフアセットのビット壁56に続いて

成長した単結晶低転位隣伴領域Z、120°角の明るいコントラストとして見える。

【0321】平坦分57の下で単結晶低転位余領域Yは暗いコントラストとして見える。これはC面成長した部分である。CLによって観察するとコントラストによって、簡単に丸い閉鎖欠陥集合領域H、その同心円の単結晶低転位隣伴領域Z、残余の単結晶低転位余領域Yを区別することができる。

【0322】閉鎖欠陥集合領域Hはc軸方向に伸びている。閉鎖欠陥集合領域Hは基板結晶を貫通して基板表面に垂直に伸びるものとして存在している。しかしながら基板に穴が開いている訳ではない。基板は一般的な充填物である。CLによって初めて見える組織である。しかしながら、閉鎖欠陥集合領域Hの領域が、若干の段差が生じて窪んでいる場合がある。特にサンプルAについては0.3  $\mu\text{m}$ 程の段差が見られた。これは閉鎖欠陥集合領域Hにおいて研磨時の研磨速度に若干の差があったためであると考えられる。

【0323】平坦な基板形状になっているから、貫通転位密度などは測定容易である。CL像、エッチピット、TEMによって観察することができる。しかしCL像で観察するのが最も容易である。

【0324】CL像では貫通転位は暗い点として観察される。サンプルB、サンプルAでは、閉鎖欠陥集合領域Hの内部に貫通転位が集中している事が分かった。閉鎖欠陥集合領域Hの境界に転位が集まって線状に並んでいることも分かった。これは三次元的には面状欠陥に相当する。閉鎖欠陥集合領域HはCLでも暗い閉曲線（境界線；結晶粒界K）で明確に区別される。

【0325】閉鎖欠陥集合領域HはサンプルAでは40  $\mu\text{m}$ 直径（種は50  $\mu\text{m}$ 直径）で形状は角型、不定形であった。閉鎖欠陥集合領域はサンプルBでは180  $\mu\text{m}$ 直径（種は200  $\mu\text{m}$ ）であり、丸みを帯びた不定形であった。サンプルA、Bの違いは閉鎖欠陥集合領域の直径だけである。そしてそれは種(SiO<sub>2</sub>)の大きさに依存する。

【0326】サンプルA、サンプルBともに閉鎖欠陥集合領域Hの外側（単結晶低転位隣伴領域Z、単結晶低転位余領域Y）は、転位は少なく、閉鎖欠陥集合領域Hから離れるにしたがって転位密度は減少する。場所によっては、閉鎖欠陥集合領域Hからすぐに転位密度が激減することもある。単結晶低転位隣伴領域Z、単結晶低転位余領域Yにおいて平均の転位密度は $5 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ 以下であった。単結晶低転位余領域、単結晶低転位隣伴領域では転位はC面に平行で閉鎖欠陥集合領域Hに向けて走っているものが多い。だから転位は閉鎖欠陥集合領域Hに吸収蓄積されるのでその他の領域（単結晶低転位隣伴領域Z、単結晶低転位余領域Y）で転位が低くなるのだと考えられる。

【0327】サンプルA、BのGaN基板をKOH水溶



液によって温度を上げてエッチングした。サンプル B について観察すると、特に閉鎖欠陥集合領域が選択的にエッチングされやすいという部分が存在した。その他の単結晶低転位余領域、単結晶低転位随伴領域はエッチングされにくい。閉鎖欠陥集合領域にはエッチングされ易い部位とされにくい部位がある。ということは閉鎖欠陥集合領域 H は、G 面である (0001) 面だけではなくて (エッチングされにくい)、N (窒素) 面である (000-1) 面となっている部分もある、ということである。単結晶低転位余領域や単結晶低転位随伴領域は G 面 (0001) 面ばかりでエッチングされにくく、閉鎖欠陥集合領域は一部極性が反転しており窒素面 (000-1) が出ているから KOH によってエッチングされ易いところが一部に出現したのである。このように閉鎖欠陥集合領域には極性が一部逆転した部位も存在する。それに対し、サンプル A について詳細に観察すると、大部分の閉鎖欠陥集合領域 H の部分がエッチングされ窪んでいた。さらに TEM (透過電子顕微鏡) 観察結果と合わせて分析した結果、このサンプル A の閉鎖欠陥集合領域 H については、大部分が周囲の単結晶領域とは結晶方位が <0001> 方向に  $180^\circ$  逆転した単結晶からなることがわかった。よって、研磨後の表面は周囲の単結晶領域が G 面であるのに対し、閉鎖欠陥集合領域 H は窒素面である。さらに、詳細な解析の結果、サンプル A の数多くの閉鎖欠陥集合領域 H の中には、結晶方位が <0001> 方向に  $180^\circ$  逆転しているが複数の結晶粒からなるところもあることが判明した。また、これらの結果から、サンプル A の結晶成長時における閉鎖欠陥集合領域 H に相当する傾斜角の小さいファセットの面指数は、{11-2-4}、{11-2-5}、{11-2-6}、{1-10-2}、{1-10-3}、{1-10-4} であると考えられる。

【0328】サンプル A (種径 50  $\mu\text{m}$ )、サンプル B (種径 200  $\mu\text{m}$ ) の G a N 基板は基本的な性質は共通である。最も大きい相違は、閉鎖欠陥集合領域 H の大きさである (40  $\mu\text{m}$  と 180  $\mu\text{m}$ )。それは種 (SiO<sub>2</sub>) の大きさによって予め決めることができる。基板面積をできるだけ有効に利用するためには、転位の多い閉鎖欠陥集合領域 H を小さくするのが良い。そして単結晶低転位余領域 Y、単結晶低転位随伴領域 Z を大きくするのが得策である。

【0329】しかしながらさらに閉鎖欠陥集合領域 H を小さく (種を小さく) しすぎると、閉鎖欠陥集合領域 H がそもそも形成されないということがある。そうするとファセット成長によって欠陥を掃き集めるということができず、単結晶低転位余領域 Y、単結晶低転位随伴領域 Z ができず転位密度を下げることができない。

【0330】[サンプル C (種径 2  $\mu\text{m}$ 、ピッチ 20  $\mu\text{m}$ ) の成長] 2  $\mu\text{m}$  径の種を 20  $\mu\text{m}$  辺の正三角形の頂点に分布させたサンプル C について G a N 成長を行っ

た。これは種直径が小さくピッチも小さい例である。前述のサンプル A、B と同様に H V P E 法で成長させようとした。すると 2  $\mu\text{m}$  径の種 (SiO<sub>2</sub>) が埋まってしまいファセット成長させても、ファセット底が種から発生するというような関係にならなかった。だから種 53 によってファセット中心を規定することができなかった。ランダムなファセットの分布となっていた。ピッチ位置の制御ができなかった。それは問題である。

【0331】そこで H V P E 法をやめて MOCVD 法により遅い成長速度で G a N 結晶を成長させた。成長速度を落とすのは種 (SiO<sub>2</sub>) からピッチを立ち上げられるためである。

【0332】MOCVD 法は金属 G a を使わず、G a を含む有機金属を原料とする。ガス原料はトリメチルガリウム (TMG ; 3族ガス) とアンモニアガス (NH<sub>3</sub> ; 5族ガス) と水素ガス (H<sub>2</sub> ; キャリヤガス) を用いる。

【0333】反応炉のセセブタにサンプル C を置いて 1030℃ に加熱し、原料ガスを常圧で 3 族 : 5 族比 = 1 : 200 で供給して G a N の成長を行った。成長速度は 4  $\mu\text{m/h}$  であり、成長時間は 30 時間であった。120  $\mu\text{m}$  程度の厚みの G a N 層を成長させることができた。

【0334】これによって種 53 を底としたピット状のファセットを持った結晶成長が行われた。ピット底が種 53 の位置に合致するのでピット配置の制御が可能である。ピットの底には閉鎖欠陥集合領域 H が連続する。

【0335】サンプル C においては種の直径は 2  $\mu\text{m}$  と極めて小さいが、ピット底にできた閉鎖欠陥集合領域 H もそれに付れて小さくて直径は 1  $\mu\text{m}$  程度であった。つまり種 53 は閉鎖欠陥集合領域 H の位置を与えるだけでなくその大きさをも与えることができるということである。

【0336】ピットの傾斜面 56 の下に連続して単結晶低転位随伴領域 Z が成長した。ピッチが狭いからこれは小さい円となる。TEM 観察によってここは低転位で単結晶であることを確認した。ピット間の平坦面 (C 面) 57 に対応して単結晶低転位余領域 Y も発生した。ここも低転位で単結晶であった。そのような性質はサンプル A、B と共通である。閉鎖欠陥集合領域 H が極めて小さいということがサンプル C の特徴である。H V P E では不可能でも MOCVD 法を使うことによって小さい種と同じ配置寸法の閉鎖欠陥集合領域 H の分布を得る事ができた。

【0337】[サンプル D (種径 300  $\mu\text{m}$ 、ピッチ 2000  $\mu\text{m}$ ) の成長] 300  $\mu\text{m}$  径の種を 2000  $\mu\text{m}$  辺の正三角形の頂点に分布させたサンプル D について G a N 成長を行った。これは種直径が大きくピッチも大きい例である。前述のサンプル A、B と同様に H V P E 法で成長させた。H V P E の成長条件は次の通りである。

## 【0338】

成長温度	1030℃
NH <sub>3</sub> 分圧	0.3atm(30kPa)
HC1分圧	$2.5 \times 10^{-2}$ atm(2.5kPa)
成長時間	30時間

【0339】この成長によって、厚さ4.3mmのGaN厚膜結晶が得られた。サンプルDにおいては、逆12角錐形状のファセット面からなるビットが見られる。閉鎖欠陥集合領域Hは規則正しく配列していた。その位置は、初めのGaN膜の上に形成した種(SiO<sub>2</sub>マスク)53の位置と上に一致した。

【0340】しかしながら、ビット形状には崩れかかったところも多かった。またマスクに対応して規則正しく配列しているビット以外に小さいビットも発生していた。ビットの位置制御性が不完全である。

【0341】閉鎖欠陥集合領域Hは2000μmピッチで存在しそれは当初のマスク(種)53のピッチと等しい。そのような規則正しい位置にあるビットは直径が2000μm程度で逆12角錐の綺麗な形状のものもあった。しかし2000μmピッチで所定の位置にあるにもかかわらず崩れ隣接ビットが重なったものもあった。そのような形状乱れのあるビットの径(位置は正しい)は約200μm程度で小さいものであった。閉鎖欠陥集合領域Hは転位密度は高かった。

【0342】しかし閉鎖欠陥集合領域Hの周りには、単結晶低転位余領域Y、単結晶低転位隣伴領域Zが生成されその部分の平均の転位密度は $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ 以下であり低転位であった。規則的配置からずれた部位(種に基づかない)にできた閉鎖欠陥集合領域Hの周囲には単結晶低転位余領域や単結晶低転位隣伴領域の生成が明確でなく低転位にならないところもあった。

【0343】サンプルA～Dによる実験によって、閉鎖欠陥集合領域Hの直径は1μm～200μm、閉鎖欠陥集合領域を与える種(マスク;円形部)の直径は2μm～300μm、閉鎖欠陥集合領域のピッチは20μm～200μmという条件で、充分に本発明の効果を得る事ができる、ということが明白になった。

【0344】[実施例2(GaAs、Si、サファイヤ基板;パターンA、H(A+ELO);図12)]次の三種類の異種材料基板を準備した。

イ、(111)面GaAs基板

ロ、C面(0001)サファイヤ基板

ハ、(111)面Si基板

【0345】Siはダイヤモンド構造の立方晶系である。GaAsは閃亜鉛鉱構造(Zinc Blende)型の立方晶系である。GaNは六方晶系である。そのC面は3回回転対称性をもつ。立方晶系は(111)面だけが3回対称性をもつ。それでSiとGaAsは3回対称性の(111)面の基板を用いる。サファイヤは三方晶系で

ある。c軸方向に成長させるためサファイヤはC面(0001)をもつ単結晶を基板とする。

【0346】図12(1)～(3)にGaNの成長方法を図示した。サンプルA～Dは異種基板の上に2μm厚みのGaN層を付けてからマスク(SiO<sub>2</sub>)材を付けて種53を形成したが、実施例2では初めから異種材料下地基板51の上にマスク材をつけて種53を形成する。直接異種基板51に0.1μm厚みのSiO<sub>2</sub>層を形成しフォトリソグラフィによって周期的に設けた正三角形の頂点に円形部が残留するような六回対称性のあるパターンの種53を形成した。

【0347】実施例2で用いられる種53の配置パターンはAとパターンHの二つである。パターンAは実施例1と同じである。パターンHはパターンAにELO(ラテラル成長)マスクを重ね合わせたハイブリッド型である。

【0348】(パターンA) 実施例1のパターンA(50μm直径、400μmピッチ)と同様の配置とする。つまり一辺400μmの正三角形の集合を想定しその頂点に直径50μmの円形部を設けたものである。これはそれ以外の面(余白19;図6(a))はそのまま何も付けないというものである。

【0349】(パターンH) パターンA(50μm直径、400μmピッチ)とELOマスクを重ねしたハイブリッドなマスクとする。パターンAというのは、一辺400μmの正三角形の集合を想定しその頂点に直径50μmの円形部を設けたものである。これは開口部の方が広い面積をとるようなパターンである。その円形部のない部分(余白部19)にELO(Epitaxial Lateral Overgrowth)マスクを付ける。ELOマスクとしてはというのは、ラテラルオーバーグロースを行うときに用いるマスクパターンである。それは開口部は少くマスク面積の方が広いようなパターンである。例えばここでは一辺が4μmの正三角形をくまなく敷き詰めたパターンの正三角形の頂点に直径2μmのドット状の開口部(窓)を配置したものである。基準となる正三角形の一辺が、パターンAの正三角形の一辺の方向と平行になるようにしている。図12(1)ではあまりに細いからELOパターンの図示を略しているが、種53の間に多数窓が存在する薄膜層を設けているのである。

【0350】異種基板の上に直接にマスクパターンを乗せるから、その方位はGaN結晶の方位によって定義できない。異種基板の方位によって定義する必要がある。パターンAの場合正三角形の辺の方向を基準方向ということにする。GaAs基板の場合は、基準方向が<1-

10>方向とした。サファイヤ基板の場合は<1-10>方向とした。Si基板の場合は<1-10>方向とした。こうして基板の違うものとパターンの違うもので4種類のサンプルE~Hを作製した。それぞれのサンプルは次のようなものである。

【0351】サンプルE: GaAs基板(111)の上に直接にパターンA(50μm直径円部、400μmピッチ)を種パターンとして設けたもの。

サンプルF: サファイヤ基板(0001)の上に直接にパターンA(50μm直径、400μmピッチ)を種パ

ターンとして設けたもの。

サンプルG: Si基板(111)の上に直接にパターンAの種パターン形成したもの。

サンプルH: GaAs基板の上に直接にパターンH(パターンA+ELO)を形成したもの。

【0352】これらの試料のマスクを付けた状態は図1

2(1)に示す。実施例1と違うのは異種基板の上にG\*

アンモニア分圧	0.2atm (20kPa)
HCl分圧	$2 \times 10^{-3}$ atm (200Pa)
成長温度	490℃
成長時間	15分
バッファ層厚み	50nm

【0354】(2. GaNエピ層の成長) 低温成長した※る。バッファ層の上にHVPF法により高温でエピ層を設け※

アンモニア分圧	0.2atm (20kPa)
HCl分圧	$2.5 \times 10^{-2}$ atm (2500Pa)
成長温度	1010℃
成長時間	11時間
エピ層厚み	約1300μm (1.3mm)

【0355】このように低温でバッファ層を、高温でエピ層を成長させる手法はよく知られたものである。サンプルE~Hとも厚みは1.3mmで透明のGaN基板が得られた。外見は実施例1のサンプルと同様である。透明であってガラスのような感じがする。CLによって観察して初めて閉鎖欠陥集合領域、単結晶低転位隣伴領域、単結晶低転位余領域などの違いがわかるのである。しかしファセット成長するから表面の凹凸(ピット)は顕微鏡観察でもよくわかる。

【0356】図12(2)に断面図を示す。4つのサンプルのいずれもファセット面56からなるピットを表面に多数有していた。ピット中心位置(底)59は、最初に種53(SiO<sub>2</sub>)として設けたマスク位置と合致していた。つまり実施例1と同様に最稠密配列した直径400μmのピットが互いに接して表面上に存在する。ピットは逆120度角であり中心部にはより角度の小さいファセットが存在することを確認された。

【0357】種53の上には閉鎖欠陥集合領域(H)55が続き、その上がピットの底59となっている。ピットの傾斜面56の下が単結晶低転位隣伴領域Zとなり、C面の平坦面57の下が単結晶低転位余領域(Y)58

\*a N層を付けることなく基板へ直接にマスクパターンを形成したことである。サンプルE~Hについて実施例1と同じようにHVPF法によってGaNの層を形成した。HVPF法は反応炉の上にGaNを有し、下方に基板を乗せるためのセツタを有する。上方から水素ガスとHClガスをGaNポートに供給してGaNを生成する。GaNが下方へ流れ加熱された基板に接触する部位においてアンモニアを供給してGaNとの反応によってGaNを合成する方法である。マスクの上へGaNバッファ層を低温で成長した後高温でGaNエピ層を厚く成長させる。GaNについて2段階の成長させる。

【0353】(1. GaNバッファ層の成長) GaAs、サファイヤ、Si基板などの上にGaNバッファ層を次の条件でHVPF法により成長させた。バッファ層を設けるのは通常よく行うことである。

※る。

※る。単結晶低転位余領域Y、単結晶低転位隣伴領域Zとともに低転位で単結晶であった。

【0358】(研削加工) サンプルE~Hに研削加工をした。まず裏面を研削して、異種基板51であるGaAs基板、Si基板、サファイヤ基板を除去した。種53もついでに除去される。さらに表面も研削ピットを除いて表面を平坦にした。平坦な裏表面を有する基板ができた。直径は2インチ程度の平坦平滑透明の基板が得られた。図12(3)はその状態を示す。これら基板は全てGaN(0001)面(C面)を表面とする透明の基板である。基板表面に6回対称性をもって閉鎖欠陥集合領域(H)55が並んでいる。その中心は最初に設定した種53と一致する。それぞれの閉鎖欠陥集合領域Hは不定形であった。閉鎖欠陥集合領域Hの直径は約40μmであった。それは種パターン(50μm直径、400μmピッチ)に対応した寸法である。六回対称性をもつSiO<sub>2</sub>種53の上に閉鎖欠陥集合領域が成長すると考えればうなずける結果である。

【0359】閉鎖欠陥集合領域Hの内部では転位密度は高いが、閉鎖欠陥集合領域から離れるにしたがって転位密度が下がる。閉鎖欠陥集合領域Hの外側の単結晶低転

位余領域(Y)58、単結晶低転位随伴領域Zでは低転位密度となっていた。いずれのサンプルでも、 $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ 以下の低転位であった。より具体的には、\*

- サンプルE(GaAs基板);
- サンプルF(サファイヤ基板);
- サンプルG(Si基板);
- サンプルH(GaAs基板);

【0360】であった。いずれも十分な低転位密度になっている。下地基板に対する依存性があるようである。E、F、Gの中で最も転位密度を低くするものはサファイヤ基板(F)である。ついでGaAs基板(E)が転位密度を低くする。Si基板(G)は転位低減の作用が最も弱いようである。

【0361】さらにELOの手法を併用したサンプルHは最も低転位化が著しい。種マスクだけのサンプルEと比べて、平均転位密度が約半分に減少している。種マスクによる低減(閉鎖欠陥集合領域H)とELOマスク(方向転換と衝突による転位低減)の作用が大体同じ程度であることが推定される。

【0362】閉鎖欠陥集合領域Hの状態も実施例1と同様であった。ファセット面よりなるビットが最初の種53の上に成長してゆき、ビットの底に転位が集中して閉鎖欠陥集合領域が形成される。転位が閉鎖欠陥集合領域に集中するからその他の単結晶低転位随伴領域Z、単結晶低転位余領域Yでは転位が減っている。

【0363】(サンプルEの不思議) サンプルE(GaAs基板;パターンA)についてはサンプルを2枚作製した。不思議な事に2枚について成長結晶の様子が異なっていた。サンプルEの1枚は、実施例1や実施例2として先述のように閉鎖欠陥集合領域Hと単結晶低転位随伴領域Z、単結晶低転位余領域Yが明確に区別され、Z+Yでは低転位となっていた。しかしサンプルEのもう一つの基板には、ファセット面からなるビットは種53の上に正しく六回対称の位置に生成されていたがビット中央に閉鎖欠陥集合領域Hが存在しないということがわかった。それはCL像をみることにによって分かった。同じ製法で違うものができたのは不思議な事である。

【0364】(閉鎖欠陥集合領域を欠くサンプルE)そのサンプルEをより詳細に調べてみると、ビットの底59に続く筈の閉鎖欠陥集合領域Hがなくてファセットによって集められるべき転位の束が広い領域に広がっているのだ、という事が分かった。平均の転位密度は $6 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ であった。だから他のサンプルの単結晶低転位随伴領域や単結晶低転位余領域より転位密度が高い。このサンプルEにおいて、幾つものビットにおいては、ビット中央59から線状に転位群が伸びていた。線状欠陥の周りには面状欠陥も存在した。この面状欠陥は図1(b)の互に60度の角度をなすビット欠陥である。線状欠陥は面状欠陥の交差でありビット底の直下に延びる。面状欠陥はビット中心から100μm以上にわ

\* 結晶低転位随伴領域Z、単結晶低転位余領域Yの平均転位密度は、

- $2 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$
- $1 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$
- $3 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$
- $9 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$

たって延びているものもあった。これは一旦集中した転位がばらばらに分散したと考えられよう。

【0365】サンプルEの一つのように閉鎖欠陥集合領域が消失している場合は、ファセットからなるビットにおいて転位の集積集合がうまく行われず、転位が広がり、面状欠陥がビット底に出現する。もちろんその場合でもビットの配列は種の配列を正確に転写している。しかしビット底部に閉鎖欠陥集合領域Hが形成されない(空ビット)。そのため低転位化がなされていないのである。空ビットではだめなのである。

【0366】つまり低転位GaAs結晶を作ろうとする本発明を実効あるものにするには、ビットが種の配列を忠実に転写して生成されること、ビット底に閉鎖欠陥集合領域Hが生成されることの二つの条件が必須だということである。ビットが規則的に形成されただけでは不十分である。さらにビット底に閉鎖欠陥集合領域Hが形成されなければならないのである。本発明のGaAs基板において、閉鎖欠陥集合領域Hの重要性が理解できよう。

【0367】[実施例3(マスクの種類)] 面方位(111)As面を有するGaAs基板を複数枚枚下地基板として用意した。マスク(種パターン)の差異がどのような効果をもつのか確かめるために基板に異なる薄膜の種パターンを作製する。(111)As-GaAs基板に直接に、厚さ0.15μmのSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>薄膜を形成したもの(I)、厚さ0.2μmのPt薄膜を形成したもの(J)、厚さ0.2μmのW薄膜を形成したもの(K)、厚さ0.1μmのSiO<sub>2</sub>薄膜を形成したもの(L、M)を作製した。

【0368】レジストを塗布しフォトリソグラフィとエッチングによって、薄膜の一部を除去し種パターンを作製した。種パターンは、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>薄膜(I)、Pt薄膜(J)、W薄膜(K)については、実施例1で述べた六回対称のパターンA(図6(a))とした。パターンAは、一辺400μmの正三角形の繰り返しからなるものの頂点に50μm直径の円形種を配置したものである。正三角形の一边(ピッチ)方向がGaAs基板の<111>方向に平行になるようにした。

【0369】SiO<sub>2</sub>薄膜基板については四回対称のパターンLと二回対称のパターンMを作製した。パターンLは、一辺400μmの正方形の繰り返しからなるものの頂点に50μm直径の円形の種を配置した四回対称のものである。パターンMは、400μm×600μmの長方形の繰り返しからなるものの頂点に50μm直径の

円形の種を配置した二回対称のものである。パターンLは繰り返し正方形の一辺の方向がGaAs基板の<1-10>方向に平行になるようにした。パターンMは繰り返し長方形の短辺の方向がGaAs基板の<1-10>方向に平行になるようにした。

【0370】4種類の薄膜をX線折析法で調査した。Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>薄膜(1)は非晶質、Pt薄膜(J)は多結晶、W薄膜は多結晶、SiO<sub>2</sub>薄膜は非晶質であった。これら5種類の種やスクをもった試料をサンプルI、J、K、L、Mとする。

【0371】サンプルI; Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>薄膜のパターンAを直接形成したGaAs基板

サンプルJ; Pt薄膜のパターンAを直接形成したGaAs基板

サンプルK; W薄膜のパターンAを直接形成したGaAs基板

サンプルL; SiO<sub>2</sub>薄膜のパターンLを直接形成した\*

(バフファ層の成長条件; HVPE法)

成長温度	490℃	
NH <sub>3</sub> 分圧	0.2 atm	(20 kPa)
HCl分圧	$2 \times 10^{-3}$ atm	(200 Pa)
成長時間	20分	
膜厚	60 nm	

#### 【0374】

(エピタキシャル層の成長条件; HVPE法)

成長温度	1030℃	
NH <sub>3</sub> 分圧	0.25 atm	(25 kPa)
HCl分圧	$2.5 \times 10^{-2}$ atm	(2.5 kPa)
成長時間	13時間	
膜厚	1800 μm (平均)	

【0375】平均1.8 mmのGa<sub>0.5</sub>N<sub>0.5</sub>厚膜を堆積したサンプルは表面に多数のビットを持っていた。サンプルI、J、Kは外見上殆ど同じ表面形態をもっていた。逆12角錐上のファセット面からなるビットを多数有しており、しかもその位置が当初基板の上に設けた円形ドット状の種の位置と一致しており、正しく六回対称に並んでいた。つまり図6(b)に示すようになっていた。ピッチは約400 μmであって、ビットの径も約400 μmであり隣接ビットは外接しており二次元最密配列になった。外見上は実施例1のサンプルAと全く同じであった。つまり種の位置とビット中心位置が合致していた。

【0376】サンプルL、Mについても逆12角錐のファセットからなるビットが数多く見られるという点では同様であった。しかしその配列が違いサンプルLは400 μmピッチの正方形パターンからなる四回対称のものとなった。サンプルMは短辺400 μm、長辺600 μmの矩形パターンからなる二回対称のものとなった。これらにおいても種の位置とビット中心位置が合致していた。

\* GaAs基板

サンプルM; SiO<sub>2</sub>薄膜のパターンMを直接形成したGaAs基板

【0372】その後、これらサンプル基板上にHVPE法によって、Ga<sub>0.5</sub>N<sub>0.5</sub>の成長を行った。実施例3におけるHVPE法は実施例1、2におけるものと同じものである。ホットウォール型反応炉の上方にGaボートがあり下方に基板を載せたセツプタがある。Gaは800℃以上に加熱されてGa融液になっている。基板も下記の温度に加熱される。上方から水素とHClガスをGaボートに吹き付けGaClを合成する。GaClが加工して基板の近傍に導入されるNH<sub>3</sub>(+水素)と反応してGa<sub>0.5</sub>N<sub>0.5</sub>ができるがそれが基板上に堆積してGa<sub>0.5</sub>N<sub>0.5</sub>層となる。

【0373】最初にバフファ層を低温で薄く成長させるの上に高温で厚くエピ層を成長させる。条件は以下のようである。

【0377】サンプルMでは長方形の長辺にそってビット・ビット間の広い間隙が生ずる(単結晶低転位余領域Y)。この単結晶低転位余領域Yにおいては種に対応したビット発生が所々に散見された。しかし大体においてビットと種は上下対応していた。

【0378】ファセット面からなるビットの底の形状を観察した。サンプルI、J、K、L、Mにおいては、ビット底にビット傾斜面を形成するファセット面よりも角度の浅いファセット面(c軸指数のnが大きい)の存在が確認された。しかしサンプルJに関してはビット底にごつごつした凹凸が見られた。その後、これら5種類のサンプルI~Mを研削加工した。つまり裏面のGaAs基板を研削加工によって削り落とし、それから表面を研削加工して平坦な基板状とした。そのあと研磨加工を施して、平坦平滑な表面を有する基板とした。2インチ程度の直径の基板が得られた。

【0379】これらサンプルI、J、Kの基板は、表面を(0001)面、つまりC面とする基板である。基板自体は平坦で透明である。表面には開鎖欠陥集合領域Hが規則正しく並んでいた。サンプルI~Kについては開

閉鎖欠陥集合領域が6回対称に並び、閉鎖欠陥集合領域Hの形状はサンプルI、K、L、Mにおいては角型を含んだ不定形であった。直径は400μm程度であった。しかしサンプルJにおいては、閉鎖欠陥集合領域は直径が500μm〜800μmにばらついており、その形状は円形、丸みを帯びた不定形であるものが多かった。

【0380】いずれのサンプルにおいても、閉鎖欠陥集合領域の外側では、転位は少ない。閉鎖欠陥集合領域から離れるに従って転位密度は減少する。場所によっては、閉鎖欠陥集合領域の境界から転位は激減することも確認した。

【0381】閉鎖欠陥集合領域Hの外側の単結晶低転位隣接領域Z、単結晶低転位領域Yでの平均的な転位密度はいずれも $5 \times 10^{-6} \text{ cm}^{-2}$ 以下であった。より具体的には

サンプルI： $1 \times 10^{-6} \text{ cm}^{-2}$

サンプルJ： $4 \times 10^{-6} \text{ cm}^{-2}$

サンプルK： $2 \times 10^{-6} \text{ cm}^{-2}$

サンプルL： $2 \times 10^{-6} \text{ cm}^{-2}$

サンプルM： $4 \times 10^{-6} \text{ cm}^{-2}$

【0382】というような転位密度であった。サンプルI、K、L、Mにおいては、閉鎖欠陥集合領域Hの状況は、実施例1のサンプルAと同じであった。ファセット面からなるビットが円形マスク（種）を中心として形成され、円形マスク（種）上でビット底に続いて閉鎖欠陥集合領域が成長すること、転位が閉鎖欠陥集合領域Hに集められていることが分かった。

【0383】基板表面のCL像をとって観察したところPitを種としたサンプルJについては少し事情が相違することがわかった。閉鎖欠陥集合領域Hが多結晶であるということが判明したのである。CL像、TEMにより閉鎖欠陥集合領域Hの構造を解析すると、閉鎖欠陥集合領域Hには多様な形態があるということが分かった。

【0384】サンプルJのように幾つかの結晶粒子からなる多結晶であることがある。そうでなくて結晶粒は1個（単結晶）であるがその周りの単結晶領域（Z、Y）とは異なる結晶方位を有する場合もある。あるいは周りの単結晶領域とは<0001>軸のみ一致するが異なる結晶方位を持つ場合もある。そのように多様な閉鎖欠陥集合領域Hがあるという事が分かった。

【0385】Pitを種としたサンプルIにおいても、ファセット面からなるビットが円形マスクを中心として形成され、円形マスク上で閉鎖欠陥集合領域Hが形成され、閉鎖欠陥集合領域Hがビット底に付随して成長することによって転位を閉鎖欠陥集合領域Hに集められている、という点は他のものと共通する。

【0386】サンプルJに顕著に現れた多結晶の閉鎖欠陥集合領域Hは、サンプルAやサンプルIについても認められた。それが特にサンプルJにおいてははっきりと現れた。多結晶の閉鎖欠陥集合領域Hは、成長初期に、円

形のマスク上に形成されたGaNからなるポリ結晶が先に延びて、角度の浅いファセット面に埋め込まれる前に十分に延びていたために発生するに至ったためであると考えられている。サンプルLについては、閉鎖欠陥集合領域Hが一辺400μmの正方形の頂点にくるように4回対称の位置に発生していた。サンプルMについては、閉鎖欠陥集合領域Hが400μm×600μmの長方形の頂点の位置に来るように2回対称位置に発生した。隣接した閉鎖欠陥集合領域の最近接の方向（ピッチ方向）はGaAs基板の<11-20>方向となっていた。サンプルL、Mのような配置によって閉鎖欠陥集合領域H、ビットの位置を直交系に配置することができる。正方形、長方形のデバイスを作製したとき転位分布、結晶性をそれぞれにおいて同一にすることができる。サンプルL、Mでは、パターン配列方向（ピッチ方向）は<11-20>としたが、<1-100>としても良い。

【0387】実施例4（GaN粒子を種とする；図13） GaN単結晶、GaN多結晶を粉砕してGaNの微粒子を作製した。この微粒子はGaNの単結晶、多結晶の微粒子である。その直径は10μm〜50μmにばらついていて、さらにくまなく敷き詰められた一辺500μmの正三角形の頂点の位置に微細な穴を穿孔したメタルプレートを作製した。微粒子はフォトリソグラフィが使えないから規則正しい播種のためにステンシルとしてのメタルプレートを用いるのである。

【0388】基板としてC面を表面とするサファイヤ基板61を用意した（図13（1））。サファイヤ基板61の表面に予めHVPE法で厚さ約3μmのGaNエピ層62を全面に成長させた（図13（2））。サファイヤ基板上のGaN層の上に正三角形の辺の方向がGaNの<11-20>に平行になるようメタルプレートをおいてその上からGaN微粒子をばらまいた。微細孔に微粒子が入り込みGaN層の上に付着する。メタルプレートを除去すると、GaN層の上に種としての微粒子63が6回対称の位置に配置されたことになる。それが図13（3）に示す状態である。

【0389】単結晶GaN微粒子と多結晶GaN微粒子をメタルプレートをととしGaN層上に散布した2種類のものを作製した。それぞれをサンプルN、Oとする。サンプルN：種としてGaN単結晶微粒子を配置したGaN層つきサファイヤ基板

サンプルO：種としてGaN多結晶微粒子を配置したGaN層つきサファイヤ基板

【0390】これら基板上に、HVPE法によってGaNの厚い層を成長させた。その手法は実施例1、2、3で述べたものと同じである。上方にGaボートを下方にセサプタをもつ反応炉のセサプタの上にセサプタ基板を戴置し、Gaボートは800℃に加熱し、HClと水素ガスをGaボートへ、アンモニアと水素ガスをセサプタへと導き、GaClを合成してから、アンモニアと反応

させ、基板の上に GaN 層を堆積させる。

【0391】(エ)成長条件)

成長温度 1050℃

NH<sub>3</sub> 分圧 0.3atm (30kPa)

HCl 分圧  $2.5 \times 10^{-2}$  atm (2.5kPa)

成長時間 10時間

成長膜厚 約1400μm

【0392】この成長によって、約1400μmのGaN厚膜層が得られた。サンプルN、Oは外見上は殆ど同じ表面形態をしていた。断面形状が図13(4)に示すようなものになった。逆十二角錐のファセット面66からなるピットが表面に規則正しい配列で存在する。ピットは表面で、二次元的に大体において最密配列しており直径500μmのピットが外接して存在する。ピット間には平坦部67(C面)がある。ピット底69を観察すると、ファセット面66よりも傾斜角の浅い別のファセット面(c軸面指数nが大きい)を有しているものもあることが観察された。

【0393】底69に続く部分が閉鎖欠陥集合領域

(H)65であり、結晶粒界(K)70によって仕切られている。ファセット面66の直下で結晶粒界K70の外側が単結晶低転位隣伴領域Z(64)である。平坦部67の直下が単結晶低転位余領域(Y)68である。つまりピット底69ー閉鎖欠陥集合領域(H)65ー種63が上下に並ぶ。ファセット66ー単結晶低転位隣伴領域Z、および平坦部67ー単結晶低転位余領域(Y)68が上下に並んでいる。

【0394】サンプルN、Oの基板は凹凸があるから研削加工を行った。まず裏面を研削加工してサファイヤ基板61と種(微粒子)63を削り落とした。さらに表面を研削加工してピットを消滅させ平坦表面とした。さらに研磨した平坦平滑の表面をもつ平板基板とした。2インチ直径程度の大きなGaN基板が得られた。

【0395】図13(5)に平坦平滑基板を示す。閉鎖欠陥集合領域Hとその両側の単結晶低転位隣伴領域Z、さらに離れた部位の単結晶低転位余領域Yが断面に現れる。これら基板N、Oは、表面を(0001)面つまりC面とする基板である。基板自体は透明であり肉眼では一様に透明にみえるだけである。CLやTEMでみると、閉鎖欠陥集合領域H、単結晶低転位隣伴領域Z、単結晶低転位余領域Yを明確に弁別することができる。閉鎖欠陥集合領域Hは規則正しく、(種と同じ)六回対称位置に並んでいた。その(横断面)形状は不定形である。閉鎖欠陥集合領域Hの直径はばらつきがあるが、10μm〜70μmの程度であった。これは種である微粒子の直径のばらつきを反映している。

【0396】閉鎖欠陥集合領域Hの内部は高密度の欠陥が存在する。単結晶低転位隣伴領域Z、単結晶低転位余領域Yでは転位は少なく、閉鎖欠陥集合領域Hから遠く離れるに従って転位は減少する。結晶粒界K(70)

から少し離れるだけで激減するところもあった。単結晶低転位隣伴領域Z、単結晶低転位余領域Yでの平均的な転位密度は何れのサンプルでも $5 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ 以下であった。それぞれは

サンプルN:  $1 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$

サンプルO:  $2 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$

という転位密度であった。閉鎖欠陥集合領域Hの状況は実施例1のサンプルAと同様であった。

【0397】実施例4ではメタルプレートによって微粒子を位置決めするから微粒子径のばらつきや散布のばらつきのために、フォトリソグラフィを使う実施例1、2ほど位置精度が高くない。このように微粒子も閉鎖欠陥集合領域Hの種として使えることが確かめられた。GaNの単結晶微粒子(サンプルN)でもGaN多結晶微粒子(サンプルO)でも差がない事も分かった。

【0398】ここでは不純物を避けるためにGaN自身を微粒子としたが、それ以外の半導体材料、金属材料、絶縁材料の微粒子でも同様に、閉鎖欠陥集合領域Hの種となる。そのような場合でも裏面研磨によって下地基板61とともに種63も除去するから最後の平坦基板の内部構造は変わらないわけである。

【0399】[実施例5(下地基板一部露露部を種とする; 図14)] 基板としてC面を表面とするサファイヤ基板71を用意した(図14(1))。サファイヤ基板71の表面に予めMOCVD法で厚さ約2μmのGaNエピ層72を全面に成長させた(図14(2))。

【0400】一辺400μmの正三角形の辺の方向がGaN72の<11-20>に平行になるよう正三角形を限なく敷き詰めた種パターンをサファイヤ基板上の上に想定する。その種パターンの正三角形頂点に当たる部位のGaN層72に直径70μmの円形穴を開けた。図14(3)に示すようになる。GaN層72の上よりも下地基板面である円形穴73の上でのGaN成長が遅延する。だから円形穴の下地基板露露面73が種として機能しうる。実施例5はこのような下地基板露露部を種73とするものである。これは他の材料を使わないからGaNの純度が高くしかもフォトリソグラフィによって正確に位置決めできるという優れた利点がある。この種パターンもピッチ400μm、径70μmである六回対称パターンである。これをパターンPとしそのパターンPを持つ基板をサンプルPとする。サンプルP: 種として異種材料下地基板露露部をもつGaN層72サファイヤ基板

【0401】この基板P上に、HVPE法によってGaNの厚い層を成長させた。その手法は実施例1、2、3、4で述べたものと同じである。上方にGaNを下方にセサプタをもつ反応炉のセサプタの上にセサプタ基板を配置し、GaNは800℃以上に加熱し、HClと水素ガスをGaNポートへ、アンモニアと水素ガスをセサプタへ導き、GaNを合成し、GaNを

ニアと反応させ、基板の上に Ga N 層を堆積させる。

【0402】(エビ成長条件)

成長温度 1030℃

NH<sub>3</sub> 分圧 0.25atm (25kPa)

HCl 分圧 2.0×10<sup>-2</sup> atm (2kPa)

成長時間 12時間

成長膜厚 約1500μm

【0403】この成長によって、約1500μmの Ga N 厚膜層が得られた。サンプル P の断面形状が図 14

(4) に示すようなものになった。逆三角錐のファセット面 76 からなるビットが表面に規則正しい配列で存在する。ビットは表面で、二次元的に大体において最密配列しており直径 400 μm のビットが外接して存在する。ビット間には平坦部 77 (C 面) がある。ビット底 79 を観察すると、ファセット面 76 よりも傾斜角の浅い別のファセット面 (c 軸面指数 n が大きい) を有しているものもあることが観察された。

【0404】底 79 に続く部分が閉鎖欠陥集合領域 (H) 75 であり、結晶粒界 (K) 80 によって仕切られている。ファセット面 76 の直下で結晶粒界 K 80 の外側が単結晶低転位隣伴領域 Z である。平坦面 77 の直下が単結晶低転位余領域 (Y) 78 である。つまりビット底 79 - 閉鎖欠陥集合領域 (H) 75 - 種 73 が上下に並ぶ。ファセット 76 - 単結晶低転位隣伴領域 (Z) 74、および平坦部 77 - 単結晶低転位余領域 (Y) 78 が上下に並んでいる。

【0405】サンプル P の基板は凹凸があるから研削加工を行った。まず裏面を研削加工してサファイヤ基板 71 と Ga N 層 72 (種 73 を挟む部分) を削り落とした。さらに表面を研削加工してビットを消滅させ平坦表面とした。さらに研磨した平坦平滑の表面をもつ平板基板とした。2インチ直径程度の大きさの Ga N 基板が得られた。図 14 (5) に平坦平滑基板を示す。閉鎖欠陥集合領域 H とその両側の単結晶低転位隣伴領域 Z、さらに離れた部位の単結晶低転位余領域 Y が断面に現れる。

【0406】これら基板 N、O は、表面を (0001) 面つつき C 面とする基板である。基板自体は透明であり肉眼では一様に透明に見えるだけである。CL や TEM でみると、閉鎖欠陥集合領域 H、単結晶低転位隣伴領域 Z、単結晶低転位余領域 Y を明確に弁別することができる。閉鎖欠陥集合領域 H は規則正しく、(種と同じ) 六回対称位置に並んでいた。その (横断面) 形状は不定形である。閉鎖欠陥集合領域 H の直径は大体 50 μm の程度であった。フォトリソグラフィで下地基板露出面 73 を正確に形成しているから直径のばらつきが少ない。位置のばらつきも少ない。精度の高い手法である。

【0407】閉鎖欠陥集合領域 H の内部は高密度の欠陥が存在する。単結晶低転位隣伴領域 Z、単結晶低転位余領域 Y では転位は少なく、閉鎖欠陥集合領域 H から遠く離れるに従って転位は減少する。結晶粒界 K (80)

から少し離れるだけで激減するところもあった。サンプル P の単結晶低転位隣伴領域 Z、単結晶低転位余領域 Y での平均的な転位密度は 1×10<sup>6</sup> cm<sup>-2</sup> 以下であった。閉鎖欠陥集合領域 H の状況は実施例 1 のサンプル A と同様であった。

【0408】このように Ga N 層を一部除去した下地基板露出面 73 も閉鎖欠陥集合領域 H の種として使えることが確かめられた。これは Ga N 層自体を種のネガとして利用するもので不純物汚染の問題がない。種の部分の Ga N はどうせ削り取るのだから Ga N 結晶の厚み方向の不均一性はない。

【0409】[実施例 6 (Ga N 基板、パターン A : 図 15)] 実施例 6 について二種類のサンプルを準備した。一つは実施例 1 において用いたパターン A (種パターン円形部直径 50 μm、円形部ピッチ 400 μm) によって作成した Ga N 基板である (図 15 (1))。これは、既に下地基板が除去されているもので、表面加工が施され研磨もされており、基板上にエビタキシャル成長が実現できるような準備を整えているものである。これをサンプル Q とする。

【0410】もう一つは、サファイヤ基板上に SiO<sub>2</sub> 薄膜を成膜させたものを用いる。これは、あらかじめサファイヤ基板上に MOCVD 法により厚さ 2 μm の Ga N エビ成長層を設け、エビ成長層の表面に厚さ 0.1 μm の SiO<sub>2</sub> 薄膜を成膜して、フォトリソグラフィによりパターン形成を行ったものである。作成プロセスは実施例 1 と同じであり、パターン A を用いている。これをサンプル R とよぶ。

【0411】これらサンプル Q とサンプル R を用いて、Q と R の上に同時に Ga N エビタキシャル成長層を厚付した (図 15 (2) (3))。これには、これまでの実施例と同じ HVP 法を成長法として採用した。反応炉に基板をセットした後、キャリアガスは H<sub>2</sub> ガスとして昇温し、1030℃ の高温にて Ga N エビタキシャル層を成長させた。エビタキシャル層の成長条件については下記のとおりである。なお、サンプル Q、サンプル R の基板径は共に 30 mm 径である。

【0412】(エビ成長条件)

成長温度 1030℃

NH<sub>3</sub> 分圧 0.25atm (25kPa)

HCl 分圧 2×10<sup>-2</sup> atm (2kPa)

成長時間 80 時間

成長膜厚 約 10 mm

【0413】その結果、サンプル Q、サンプル R とともに厚さが 10 mm 程度の Ga N 結晶のインゴットが得られた。この二つのインゴットをそれぞれ Q インゴット、R インゴットとよぶ。これらのインゴットはそれぞれが同様の表面形態を有して成長していた。すなわち、元のパターンに応じて二次元的に大体において最密配列されて、径 400 μm のファセットからなるビットを数記す



めた形になっている。特に注目すべきは、Qインゴットにおいて、特にパターンは設けず既に作成したGaN基板の上に更に成長を行っただけであるのに、成長後の表面形態はパターン形成したと同等の表面形態になっていたことである。

【0414】さらに、Qインゴット及びRインゴットの端を縦に切断し断面を観察した。Qインゴットの断面を図15(3)に示す。その結果、Qインゴットにおいて結晶島の閉鎖欠陥集合領域55Hの上には閉鎖欠陥集合領域54Zや単結晶低転位領域58Yの上には必ずしも一致しないが単結晶低転位領域58Yまたは単結晶低転位領域88Yのどちらかが成長していることがわかった。もちろん、閉鎖欠陥集合領域85Hの領域は、ファセット面86からなるビットの底89に位置している。

【0415】これら二種類のインゴットにスライス加工を施し多数枚のGaN基板を切り出した後、表面研削加工、研磨加工を施した。スライス加工には、ワイヤソーを用いた。その結果、それぞれのインゴットから9枚

ずつのGaN基板が得られた(図15(4))。

【0416】これらの基板は、成長の終りの2~3枚は異物欠陥等が見られたが、成長初期の6~7枚は良好であると見られる。これらの基板は、表面を(0001)面、C面とする基板であり、基板自体は平坦で透明である。基板表面に閉鎖欠陥集合領域Hが大体において規則正しく6回対称に並んでおり、その形状は不定形であり、径は50 $\mu$ m程度であった。閉鎖欠陥集合領域Hの外側では転位は少なく、閉鎖欠陥集合領域部Hから離れるに従って転位密度は減少する。場所によっては閉鎖欠陥集合領域部の境界から転位は激減するところがあることも確認した。閉鎖欠陥集合領域部の外側の平均的な転位密度は、いずれも $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ 以下であり、実用的なGaN基板として使用に耐えうるものであった。この方法は、結晶成長の生産性向上につながる有効な製造方法であると考えられる。

【0417】

【発明の効果】本発明はファセット成長によってビット底部に転位を集めてその他の部分を低転位化し、ビット底部に閉鎖欠陥集合領域Hを形成して転位を閉じ込め再び解き放つということがない。閉鎖欠陥集合領域Hのために先に課題として挙げた3つの問題、

【0418】(1)ファセット面からなるビット中央の転位集合部からの転位のモヤモヤ状分布の低減。

(2)ファセット面からなるビット中央の転位集合部の面状欠陥の消滅。

(3)ファセット面からなるビット中央の転位集合部の位置を制御すること。を本発明は全て解決できる。

【0419】本発明の方法によって、転位の集合した閉鎖欠陥集合領域Hの位置を正確に制御し、低転位の窒化

ガリウム基板を製作することができ。また本発明のGaN基板は、転位を規則正しく特定の狭い部分に集合させてあり、デバイスの重要部分に使用する部分(単結晶低転位領域Zと単結晶低転位領域Y)では低転位で単結晶である。InGaN青紫レーザーダイオード(LD)などの低転位GaN基板として最適のものを与える。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明者が特開2001-102307号において提案した表面にファセット面からなるビットを形成し維持しながらGaNを結晶成長させるファセット成長法においてファセットは平均的な成長方向とは別にビットの内向きに成長するので転位がファセット稜線に引き寄せられるということを説明するための斜視図。(a)はファセット面が内向きに成長し転位が稜線に集まりビット底へ溜まることを示す斜視図。(b)はビット底に溜まった転位の間に強い斥力が生ずるから六方へ放射状に広がった面状欠陥が形成されることを説明する斜視図。

【図2】本発明者が特開2001-102307号において提案した表面にファセット面からなるビットを形成し維持しながらGaNを結晶成長させるファセット成長法においてファセットは平均的な成長方向とは別にビットの内向きに成長するので成長とともに転位がファセット稜線に引き寄せられさらにビット底の多重点に集中することを説明するためのビットの平面図。

【図3】本発明者が特開2001-102307号において提案した表面にファセット面からなるビットを形成し維持しながらGaNを結晶成長させるファセット成長法においてファセットは平均的な成長方向とは別にビットの内向きに成長するので成長とともに転位がファセット稜線に引き寄せられさらにビット底の多重点に集中し底に続く転位の集合束を縦長に形成するということを説明するためのビットの断面図。(1)は成長とともにビット底へ転位が集中して縦方向に伸びる転位束を形成することを説明する断面図。(2)は成長とともにビット底へ転位が集中して縦方向に伸びる転位束を形成するのであるが被覆するものがなく転位集合開放系であり転位相互には強い斥力が働くので一旦集合した転位がばらけてすぐに広がりがモヤモヤ状の転位の拡散が起こることを説明する断面図。

【図4】表面にファセット面からなるビットを形成し維持しながらGaNを結晶成長させるファセット成長法においてファセットは平均的な成長方向とは別にビットの内向きに成長するので成長とともに転位がファセット稜線に引き寄せられさらにビット底の多重点に集中し底に続く閉じた転位の集合束である閉鎖欠陥集合領域Hを縦長に形成し閉じた空間に転位を集結させることで転位が再びばらけることがないという本発明の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法の概略を説明するためのビットの断面

図。(1)は成長とともにビット底へ転位が集中して縦方向に伸びる閉じた閉鎖欠陥集合領域に転位束を集結させることを説明する断面図。(2)は成長とともにビット底が上昇するが常に底へ閉鎖欠陥集合領域Hが付随して転位を吸収してゆくことを説明する断面図。

【図5】下地基板の上に種を配置しその上にGaNをファセット成長させてビット底に閉鎖欠陥集合領域Hをその周りに単結晶低転位隣伴領域Zを形成し、その周りに単結晶低転位余領域Yを設けるようにした本発明の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法を示す図。

【図6】下地基板の上に種を配置しその上にGaNをファセット成長させてビット底に閉鎖欠陥集合領域Hをその周りに単結晶低転位隣伴領域Zを形成し、その周りに単結晶低転位余領域Yを設けるようにした本発明の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法を示す平面図。種の配置を下地基板上に幾何学的に規則正しく行っていることがわかる。

【図7】下地基板の上に種を配置しその上にGaNをファセット成長させてビット底に閉鎖欠陥集合領域Hをその周りに単結晶低転位隣伴領域Zを形成し、その周りに単結晶低転位余領域Yを設けるようにして結晶を成長させた後、下地基板を除去し平坦にした本発明の単結晶窒化ガリウム基板の斜視図。

【図8】下地基板の上に種を六回対称性パターンで配置し結晶を成長させる本発明の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法を示す平面図。

【図9】下地基板の上に種を四回対称性パターンで配置し結晶を成長させる本発明の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法を示す平面図。

【図10】下地基板の上に種を二回対称性パターンで配置し結晶を成長させる本発明の単結晶窒化ガリウム基板の成長方法を示す平面図。

【図11】下地基板の上にGaNエビ層を成長させ、その上に種を配置しGaNをファセット成長させてビット底に閉鎖欠陥集合領域Hをその周りに単結晶低転位隣伴領域Zを形成し、その周りに単結晶低転位余領域Yを設けるようにして結晶を成長させた後、下地基板を除去し平坦にした本発明の実施例1にかかる単結晶窒化ガリウム基板の成長方法を示す図。

【図12】下地基板の上に直接に種を配置しGaNをファセット成長させてビット底に閉鎖欠陥集合領域Hをその周りに単結晶低転位隣伴領域Zを形成し、その周りに単結晶低転位余領域Yを設けるようにして結晶を成長させた後、下地基板を除去し平坦にした本発明の実施例2にかかる単結晶窒化ガリウム基板の成長方法を示す図。

【図13】サファイヤなどの異種基板の上にGaNエビ層を成長させ、その上にGaN粒子である種を配置しGaNをファセット成長させてビット底に閉鎖欠陥集合領域Hをその周りに単結晶低転位隣伴領域Zを形成し、その周りに単結晶低転位余領域Yを設けるようにして結晶

を成長させた後、サファイヤとGaNエビ層を除去し平坦にした本発明の実施例4にかかる単結晶窒化ガリウム基板の成長方法を示す図。

【図14】サファイヤなどの異種基板の上にGaNエビ層を成長させ、GaNエビ層にエッチング除去により穴をあけ、その穴の上にGaNをファセット成長させてビット底に閉鎖欠陥集合領域Hをその周りに単結晶低転位隣伴領域Zを形成し、その周りに単結晶低転位余領域Yを設けるようにして結晶を成長させた後、サファイヤ基板とGaNエビ層を除去し平坦にした本発明の実施例5にかかる単結晶窒化ガリウム基板の成長方法を示す図。

【図15】本発明の実施例1のパターンAを用いて作成したGaN基板を下地基板として使い、種は配置せず、その上にGaNエビ層をファセット成長させ、閉鎖欠陥集合領域Hの上には閉鎖欠陥集合領域Hが形成され、単結晶低転位余領域Y、単結晶低転位隣伴領域Zの上には単結晶低転位余領域Y、単結晶低転位隣伴領域Zのどちらかが形成された厚いGaN結晶をスライス加工し、研磨して複数枚のGaN基板が得られることを示す本発明の実施例6にかかる単結晶窒化ガリウム基板の製造工程図。

【符号の説明】

H 閉鎖欠陥集合領域

Z 単結晶低転位隣伴領域

Y 単結晶低転位余領域

2 GaN結晶

4 ビット

6 ファセット

7 平坦面

8 稜線

9 内向き成長方向

10 面状欠陥

11 線状転位集合欠陥部

12 GaN結晶

14 ビット

15 転位集合束

17 平坦面

19 余白部

21 基板

22 GaN結晶

23 種

24 ビット

25 閉鎖欠陥集合領域(H)

26 ファセット

27 平坦面

29 ビット底(浅いファセット面)

30 結晶粒界(K)

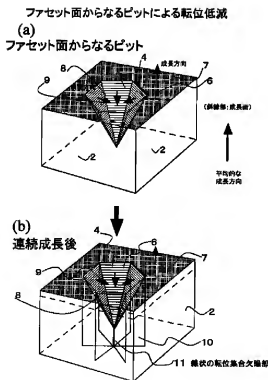
51 基板

52 GaN結晶

53 種

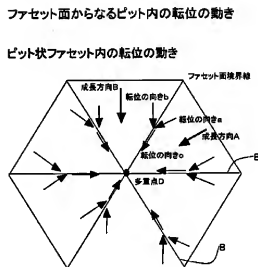
- 54 単結晶低転位随伴領域 (Z)
- 55 閉鎖欠陥集合領域 (H)
- 56 ファセット
- 57 平坦面
- 58 単結晶低転位余領域 (Y)
- 59 ビット底 (浅いファセット面)
- 60 結晶粒界 (K)
- 61 基板
- 62 GaN結晶
- 63 種
- 64 単結晶低転位随伴領域 (Z)
- 65 閉鎖欠陥集合領域 (H)
- 66 ファセット
- 67 平坦面
- 68 単結晶低転位余領域 (Y)
- 69 ビット底 (浅いファセット面)
- 70 結晶粒界 (K)

【図1】



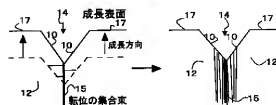
- \* 71 基板
- 72 GaN結晶
- 73 種 (穴)
- 74 単結晶低転位随伴領域 (Z)
- 75 閉鎖欠陥集合領域 (H)
- 76 ファセット
- 77 平坦面
- 78 単結晶低転位余領域 (Y)
- 79 ビット底 (浅いファセット面)
- 80 結晶粒界 (K)
- 84 単結晶低転位随伴領域 (Z)
- 85 閉鎖欠陥集合領域 (H)
- 86 ファセット
- 87 平坦面
- 88 単結晶低転位余領域 (Y)
- 89 ビット底 (浅いファセット面)
- \* 90 粒界 (K)

【図2】

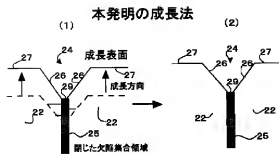


【図3】

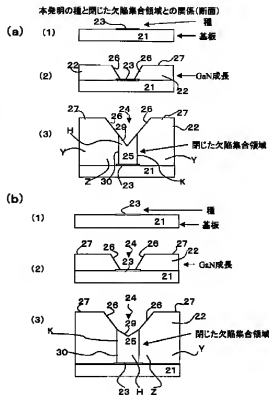
## 従来の成長法



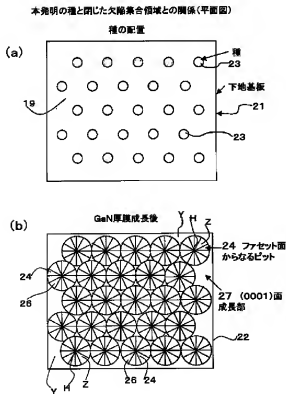
【図4】



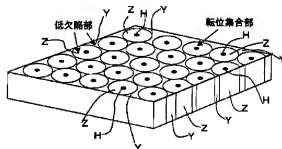
【図5】



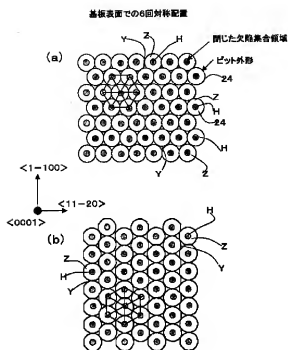
【図6】



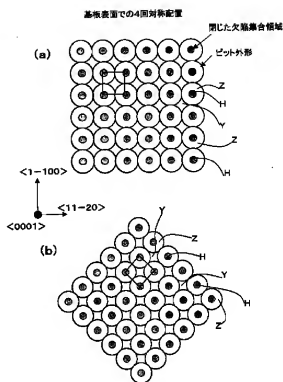
【図7】



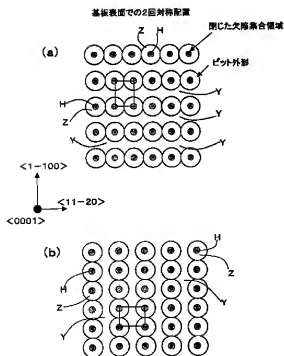
【図8】



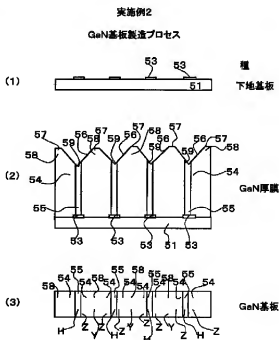
【図9】



【図10】



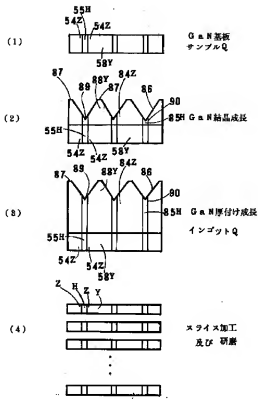
【図12】





【図15】

実施例6



フロントページの続き

- (72)発明者 中畑 成二  
兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号住友電  
気工業株式会社伊丹製作所内
- (72)発明者 弘田 龍  
兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号住友電  
気工業株式会社伊丹製作所内
- (72)発明者 上松 康二  
兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号住友電  
気工業株式会社伊丹製作所内

Fターム(参考) 4G077 AA02 AA03 AB01 BE15 DB05  
DB08 EA02 ED05 ED06 FG11  
FJ03 HA02 HA12 TA04 TB03  
TB05 TK01 TK04 TK06 TK11  
5F041 AA40 AA41 AA43 AA44 CA40  
CA64 CA65 CA77  
5F045 AA08 AB14 AC12 AC13 AD14  
AE17 AE19 CA11 CA12 DA61  
5F073 CA02 CB02 DA05 DA07 EA28

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-165799

(43)Date of publication of application : 10.06.2003

---

(51)Int.Cl. C30B 29/38

H01L 21/205

H01L 33/00

H01S 5/323

---

(21)Application number : 2002-230925 (71)Applicant : SUMITOMO ELECTRIC IND LTD

(22)Date of filing : 08.08.2002 (72)Inventor : MOTOKI KENSAKU

OKAHISA TAKUJI

NAKAHATA SEIJI

HIROTA TATSU

UEMATSU KOJI

---

(30)Priority

Priority number : 2001284323

Priority date : 19.09.2001

Priority country : JP

---

(54) GALLIUM NITRIDE SINGLE CRYSTAL SUBSTRATE, METHOD FOR GROWING THE SAME AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME



(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To eliminate the defect of dislocation which rises like mist from the central part of the pit of a facet surface and causes a radial surface defect in a facet growth method for growing gallium nitride while forming and maintaining the facet, and also to eliminate the defect in which the positions causing the pits are not identified and thus a device to be laid on a substrate is not designed.

SOLUTION: GaN is raised through facet growth method regularly forming seed patterns on a base plate and then forming and holding the pit composed of the facet thereon. Closely assembled regions H for defects is formed at the bottom of the pit composed of the facet surface, and dislocations are assembled into the region H and a region Z accompanying low dislocations for single crystal and an extra region Y for low dislocations of the single crystal around the region H are subjected to low dislocation. The closely assembled region H for defects is closed, so that the dislocations are confined and are not re- released.

\* NOTICES \*

**JPO and INPIT are not responsible for any  
damages caused by the use of this translation.**

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

## CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] It is a gallium nitride substrate characterized by comprising the following, and is a substrate face.

The closing defect collective region H which is a closed field which contains in an inside the core S to which defects of a large number which penetrate a substrate's face and are extended gathered, and is distinguished by the grain boundary K.

The single crystal low dislocation company field Z which accompanied to the closing defect collective region H, and was formed in the circumference.

The single crystal low dislocation complementary field Y which exists in the exterior of the single crystal low dislocation company field Z, and has the same crystal orientation.

[Claim 2] The closing defect collective region H which is a gallium nitride substrate and is a closed field which contains in an inside the core S to which defects of a large number which penetrate a substrate's face and are extended in a substrate face gathered, and is distinguished by the grain boundary K. A single crystal gallium nitride substrate making into one unit a ground tissue object which consists of the single crystal low dislocation complementary field Y which exists in the single crystal low dislocation company field Z which accompanied to it and was formed in the circumference, and its exterior, and has the same crystal orientation, and being constituted by combination of two or more ground tissue objects.

[Claim 3] The single crystal gallium nitride substrate according to claim 1 or 2 which the closing defect collective region H serves as polycrystal, and is characterized by the single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y being single single crystals altogether.

[Claim 4] The single crystal gallium nitride substrate according to claim 1 or 3, wherein the closing defect collective region H consists of a crystal grain more than a piece which has different crystal orientation from the surrounding single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y.

[Claim 5] The single crystal gallium nitride substrate according to any one of claims 1 to 3 consisting of one or more crystal grains which have different crystal orientation although only the surrounding single crystal low dislocation company field Z, the single crystal low dislocation complementary field Y, and the direction of the closing defect collective region H of  $\langle 0001 \rangle$  correspond.

[Claim 6] The single crystal gallium nitride substrate according to claim 1 or 2, wherein

the closing defect collective region H turns into the surrounding single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y from a single crystal which only 180 degrees of the  $\langle 0001 \rangle$  directions reversed in crystal orientation, and polarity has reversed.

[Claim 7]The closing defect collective region H with the surrounding single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y. The single crystal gallium nitride substrate according to any one of claims 1 to 3, wherein crystal orientation consists of a crystal grain more than a piece with crystal orientation which 180 degrees of the  $\langle 0001 \rangle$  directions reversed and polarity has reversed.

[Claim 8]The single crystal gallium nitride substrate according to any one of claims 1 to 3, wherein the closing defect collective region H turns into the surrounding single crystal low dislocation company field Z from a crystal grain more than a piece divided with a surface state defect.

[Claim 9]The single crystal gallium nitride substrate according to any one of claims 1 to 3, wherein the closing defect collective region H turns into the surrounding single crystal low dislocation company field Z from a crystal grain more than a piece divided with an aggregate of a line defect.

[Claim 10]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 1 or 2, wherein the closing defect collective regions H are single crystal regions which the surrounding single crystal low dislocation company field Z is divided with a surface state defect, and have the same crystal orientation as the surrounding single crystal low dislocation company field Z.

[Claim 11]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 1 or 2, wherein the closing defect collective regions H are single crystal regions which the surrounding single crystal low dislocation company field Z is divided with an aggregate of a line defect, and have the same crystal orientation as the surrounding single crystal low dislocation company field Z.

[Claim 12]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 1 or 2, wherein the closing defect collective region H is a crystalline region which the surrounding single crystal low dislocation company field Z is divided with a surface state defect, and includes a crystal defect in an inside.

[Claim 13]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 1 or 2, wherein the closing defect collective region H is a crystalline region which the surrounding single crystal low dislocation company field Z is divided by set of a line defect, and includes a crystal defect in an inside.

[Claim 14]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 1 or 2, wherein the closing defect collective region H consists of one or more crystal grains which have the crystal orientation slightly inclined to crystal orientation of the surrounding single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y.

[Claim 15]A single crystal gallium nitride substrate given in any of claims 1, 2, 12, and 13, wherein a crystal defect included in the closing defect collective region H is a line defect or a surface state defect they are.

[Claim 16]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 2 which diameters of the closing defect collective region H are 1 micrometer - 200 micrometers, and is characterized by carrying out isolation distribution in a substrate face punctiform.

[Claim 17]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 2 which diameters of the closing defect collective region H are 20 micrometers - 70 micrometers, and is characterized by carrying out isolation distribution in a substrate face punctiform.

[Claim 18]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 16 or 17 characterized by shape of the closing defect collective region H being an infinite form in a substrate face.

[Claim 19]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 16 or 17 characterized by shape of the closing defect collective region H being circular in a substrate face.

[Claim 20]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 16 or 17 characterized by shape of the closing defect collective region H being a polygon in a substrate face.

[Claim 21]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 1 or 2, wherein penetration dislocation density of an average in the single crystal low dislocation complementary field Y and the single crystal low dislocation company field Z is below  $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ .

[Claim 22]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 1 or 2 characterized by penetration dislocation density being slightly high and being below  $3 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$  in a field 30 micrometers near the closing defect collective region H in the single crystal low dislocation company field Z.

[Claim 23]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 1 or 2, wherein penetration dislocation density in the single crystal low dislocation complementary field Y and the single crystal low dislocation company field Z decreases as it is isolated from the closing defect collective region H.

[Claim 24]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 1 or 2,

wherein the surface is a field (0001).

[Claim 25]A single crystal gallium nitride substrate given in either of claims 1, 2, 6, and 7 to which the surface of fields other than the closing defect collective region H is a field (0001), and only the closing defect collective region H is characterized by the surface being a field (000-1).

[Claim 26]A single crystal gallium nitride substrate given in either of claims 1, 2, 6, and 7, wherein the surface of fields other than the closing defect collective region H is a Ga side, and only the closing defect collective region H differs in surface polarity and is a nitrogen side.

[Claim 27]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 25 or 26, wherein only the closing defect collective region H has a level difference a little on the surface and is low on it to fields other than the closing defect collective region H.

[Claim 28]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 1 or 2, wherein a great portion of rearrangement is extended in parallel with C side in the single crystal low dislocation company field Z.

[Claim 29]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 1 or 2, wherein the closing defect collective region H is extended at right angles to c shaft orientations in an inside of a substrate crystal.

[Claim 30]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 1 or 2, wherein the closing defect collective region H is extended at right angles to a substrate face in an inside of a substrate crystal.

[Claim 31]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 24 making the surface into a field (0001) by polishing work.

[Claim 32]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 2 arranging regularly the ground tissue object Q which consists of the central closing defect collective region H, the single crystal low dislocation company field Z surrounding it, and the single crystal low dislocation complementary field Y surrounding it to a substrate face with periodicity.

[Claim 33]In arranging regularly the ground tissue object Q which consists of the central closing defect collective region H, the single crystal low dislocation company field Z surrounding it, and the single crystal low dislocation complementary field Y surrounding it to a substrate face with periodicity, so that it may become the maximum dense arrangement in two dimensions, The single crystal gallium nitride substrate according to claim 32 characterized by arranging the ground tissue object Q to a substrate face so that the closing defect collective region H may agree on a vertex with the 6 times symmetry which consists of a repetition of an equilateral triangle of an

identical size of an equilateral triangle of a symmetrical 6 times arrangement pattern.

[Claim 34]The ground tissue object Q which consists of the central closing defect collective region H, the single crystal low dislocation company field Z surrounding it, and the single crystal low dislocation complementary field Y surrounding it. The single crystal gallium nitride substrate according to claim 33 to which the direction of a neighborhood of an equilateral triangle of a symmetrical arrangement pattern is characterized [ in making it arrange to a substrate face regularly with periodicity ] by being  $\langle 1-100 \rangle$  direction as for a direction, i.e., 6 times, with which the closing defect collective region H is periodically located in a line in the shortest pitch.

[Claim 35]The ground tissue object Q which consists of the central closing defect collective region H, the single crystal low dislocation company field Z surrounding it, and the single crystal low dislocation complementary field Y surrounding it. The single crystal gallium nitride substrate according to claim 33 to which the direction of a neighborhood of an equilateral triangle of a symmetrical arrangement pattern is characterized [ in making it arrange to a substrate face regularly with periodicity ] by being  $\langle 11-20 \rangle$  direction as for a direction, i.e., 6 times, with which the closing defect collective region H is periodically located in a line in the shortest pitch.

[Claim 36]The ground tissue object Q which consists of the central closing defect collective region H, the single crystal low dislocation company field Z surrounding it, and the single crystal low dislocation complementary field Y surrounding it. So that the closing defect collective region H may agree on a vertex with the 4 times symmetry which consists of a repetition of a regular tetragon of an identical size of a regular tetragon of a symmetrical 4 times arrangement pattern in making it arrange to a substrate face regularly with periodicity, The single crystal gallium nitride substrate according to claim 32 arranging a ground tissue object to a substrate face.

[Claim 37]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 36 to which the direction of a neighborhood of a regular tetragon of a symmetrical arrangement pattern is characterized by being  $\langle 1-100 \rangle$  direction as for a direction, i.e., 4 times, with which the closing defect collective region H is periodically located in a line in the shortest pitch.

[Claim 38]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 36 characterized by the direction of a diagonal line of a regular tetragon of a symmetrical arrangement pattern being  $\langle 1-100 \rangle$  direction 4 times.

[Claim 39]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 2 characterized by arranging a ground tissue object to a substrate face so that the closing defect collective region H may agree on a rectangle of a symmetrical 2 times

arrangement pattern or a vertex of a lozenge with the 2 times symmetry which consists of a rectangle of an identical size, or a repetition of a lozenge.

[Claim 40]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 39, wherein the direction of a shorter side of a rectangle of a direction, i.e., a two-times symmetrical [ the closing defect collective region H ] arrangement pattern, periodically located in a line in the shortest pitch or a short diagonal line of a rhombus is  $\langle 1-100 \rangle$  direction.

[Claim 41]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 39, wherein the direction of a shorter side of a rectangle of a direction, i.e., a two-times symmetrical [ the closing defect collective region H ] arrangement pattern, periodically located in a line in the shortest pitch or a short diagonal line of a rhombus is  $\langle 11-20 \rangle$  direction.

[Claim 42]The single crystal gallium nitride substrate according to any one of claims 32 to 41, wherein the shortest distance L of the closing defect collective region H where a ground tissue object adjoins in a substrate face arranged regularly is 50 micrometers - 2000 micrometers.

[Claim 43]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 1 or 2, wherein the closing defect collective region H is extended to c shaft orientations in an inside of a substrate crystal and has penetrated an inside of a substrate crystal.

[Claim 44]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 1 or 2, wherein the closing defect collective region H is extended at right angles to a substrate face and has penetrated an inside of a substrate crystal in an inside of a substrate crystal.

[Claim 45]Gallium nitride crystal growth which grows up a gallium nitride crystal with vapor phase growth on a substratum substrate characterized by comprising the following.

The closing defect collective region H which is the closed space which consists of the core S to which defects of a large number extended in the direction vertical to a substratum substrate side gathered, and the grain boundary K which surrounds it.

The single crystal low dislocation company field Z which is a single crystal accompanied to the circumference of the closing defect collective region H.

It exists in a periphery of the single crystal low dislocation company field Z, and is the same crystal orientation.

[Claim 46]Gallium nitride crystal growth which grows up a gallium nitride crystal with vapor phase growth on a substratum substrate characterized by comprising the following.

The closing defect collective region H which is the closed space which consists of the core S to which defects of a large number extended in the direction vertical to a

substratum substrate side gathered, and the grain boundary K which surrounds it. The single crystal low dislocation company field Z which is a single crystal accompanied to the circumference of the closing defect collective region H. It exists in a periphery of the single crystal low dislocation company field Z, and is the same crystal orientation.

[Claim 47]Form in the crystal growth surface a pit which consists of facet surfaces, and the closing defect collective region H is continued and grown up into a pars basilaris ossis occipitalis of a pit, By drawing a rearrangement of the single crystal low dislocation company field Z around the closing defect collective region H, and the single crystal low dislocation complementary field Y, and disappearing or accumulating. A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 45 or 46 reducing a rearrangement of the single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y.

[Claim 48]The core S of the closing defect collective region H formed after a pit which consists of facet surfaces with crystal growth goes up is polycrystal, A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to any one of claims 45 to 47, wherein the single crystal low dislocation company field Z accompanied to the circumference and the single crystal low dislocation complementary field Y in the exterior are the single crystals of the same direction.

[Claim 49]The single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y in the exterior are the single crystals of the same direction, A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to any one of claims 45 to 47, wherein the core S of the closing defect collective region H consists of a crystal grain more than a piece which has different crystal orientation from the single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y.

[Claim 50]The single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y in the exterior are the single crystals of the same direction, A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to any one of claims 45 to 47, wherein the core S of the closing defect collective region H consists of a crystal grain more than a piece which has the crystal orientation from which only the single crystal low dislocation company field Z, the single crystal low dislocation complementary field Y, and a  $\langle 0001 \rangle$  axis are in agreement with, and other directions differ.

[Claim 51]The single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low



dislocation complementary field Y in the exterior are the single crystals of a uniform direction, and the closing defect collective region H. A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to any one of claims 45 to 47, wherein the single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y are single crystals which only 180 degrees of the directions of  $\langle 0001 \rangle$  reversed, and polarity has reversed.

[Claim 52]The single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y in the exterior are the single crystals of the same direction, and the closing defect collective region H. A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to any one of claims 45 to 47 becoming the single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y from a crystal grain more than a piece which 180 degrees of the directions of  $\langle 0001 \rangle$  reversed, and polarity has reversed.

[Claim 53]The single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y in the exterior are the single crystals of the same direction, A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to any one of claims 45 to 47, wherein the grain boundary K which the core S of the closing defect collective region H consists of one or more crystal grains, and surrounds the core S is a surface state defect.

[Claim 54]The single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y in the exterior are the single crystals of the same direction, A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to any one of claims 45 to 47, wherein the grain boundary K which the core S of the closing defect collective region H consists of one or more crystal grains, and surrounds the core S is an aggregate of a line defect.

[Claim 55]The single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y in the exterior are the single crystals of the same direction, A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to any one of claims 45 to 47, wherein the core S of the closing defect collective region H is a single crystal with the same crystal orientation as the single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y and the grain boundary K which surrounds the core S is a surface state defect.

[Claim 56]The single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y in the exterior are the single crystals of the same direction, A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to any one of claims 45 to 47, wherein the core S of the closing defect collective region H

is a single crystal with the same crystal orientation as the single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y and the grain boundary K which surrounds the core S is an aggregate of a line defect.

[Claim 57]The single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y in the exterior are the single crystals of the same direction, A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to any one of claims 45 to 47, wherein the core S of the closing defect collective region H is a crystalline region including a crystal defect and the grain boundary which surrounds the core S is a surface state defect.

[Claim 58]The single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y in the exterior are the single crystals of the same direction, A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to any one of claims 45 to 47, wherein the core S of the closing defect collective region H is a crystalline region including a crystal defect and the grain boundary which surrounds the core S is an aggregate of a line defect.

[Claim 59]The single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y in the exterior are the single crystals of the same direction, A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to any one of claims 45 to 47, wherein the core S of the closing defect collective region H consists of one or more crystal grains with a direction slightly inclined from said single crystal.

[Claim 60]A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 57 or 58, wherein a crystal defect of a crystalline region which makes the core S of the closing defect collective region H is a line defect or a surface state defect.

[Claim 61]A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to any one of claims 45 to 47, wherein the directions of average crystal growth in the single crystal low dislocation complementary field Y and the single crystal low dislocation company field Z are c shaft orientations.

[Claim 62]A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 61, wherein a pit which consists of facet surfaces has the shape of reverse 6 pyramids, or the shape of reverse 12 pyramids.

[Claim 63]A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 61, wherein pits which consist of facet surfaces are the reverse 12-sided pyramids of the two-step pile from which an angle of reverse 6-sided pyramids of a two-step pile or the side which angles of the side differ differs.

[Claim 64]A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to

claim 61, wherein indices of crystal plane of a facet surface which forms a pit are a  $\{k-k-2kn\}$  side and the  $\{k-k\ 0n\}$  side ( $k$  and  $n$  are integers).

[Claim 65] A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 64, wherein indices of crystal plane of a facet surface which forms a pit are  $\{11-22\}$  side and  $\{1-101\}$  side.

[Claim 66] A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to any one of claims 45 to 47, wherein the closing defect collective region H following a pit bottom which consists of facet surfaces maintains the surface where indices of crystal plane differ from a facet surface which forms a pit and grows.

[Claim 67] A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to any one of claims 45 to 47 with which indices of crystal plane are characterized by growing up considering a smaller plane direction of an angle of inclination as the surface unlike a facet surface in which the closing defect collective region H following a pit bottom which consists of facet surfaces forms a pit.

[Claim 68] The closing defect collective region H following a pit bottom which consists of facet surfaces. A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to any one of claims 45 to 47 having reversed only  $180^\circ$  of the directions of  $\langle 0001 \rangle$ , and polarity's being reversed, and growing up considering a smaller plane direction of an angle of inclination as the surface with the single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y.

[Claim 69] The closing defect collective region H following a pit bottom which consists of facet surfaces. Only  $180^\circ$  of the directions of  $\langle 0001 \rangle$  are reversed, polarity is reversed, and the single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y are smaller plane directions, and an angle of inclination the plane direction, A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to any one of claims 45 to 47 consisting of  $\{11-2-4\}$ ,  $\{11-2-5\}$ ,  $\{11-2-6\}$ ,  $\{1-10-2\}$ ,  $\{1-10-3\}$ , and  $\{1-10-4\}$ .

[Claim 70] A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 67, wherein a boundary of the closing defect collective region H following a pit bottom which consists of facet surfaces is an interface of a plane direction where an angle is smaller than a facet surface which forms a pit.

[Claim 71] The closing defect collective region H following a pit bottom which consists of facet surfaces. With the single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y, only  $180^\circ$  of the directions of  $\langle 0001 \rangle$  were reversed, and polarity is reversed, and the boundary, A growing method of

the single crystal gallium nitride substrate according to claim 68 being in agreement with a boundary line of a facet surface which forms a pit, and a field where an angle is smaller than it.

[Claim 72]A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 61 growing up while the closing defect collective region H following a pit bottom which consists of facet surfaces concentrates and exists in punctiform.

[Claim 73]A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 47 growing up maintaining a diameter whose closing defect collective regions H following a pit bottom which consists of facet surfaces are 1 micrometer - 200 micrometers.

[Claim 74]A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 47, wherein shape of a cross section of the closing defect collective region H following a pit bottom which consists of facet surfaces is an infinite form.

[Claim 75]A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 47, wherein shape of a cross section of the closing defect collective region H at a pit bottom which consists of facet surfaces is circular or a square shape.

[Claim 76]A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 61 existing in a form which the closing defect collective region H following a pit bottom which consists of facet surfaces was formed following on a pit bottom with growth, and was extended to c shaft orientations as a result.

[Claim 77]The grain boundary K of a boundary of the closing defect collective region H at a pit bottom which consists of facet surfaces, and the surrounding single crystal low dislocation compound field Z. A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 61 reducing a rearrangement by collecting rearrangements extended in parallel with C side toward the closing defect collective region H from the single crystal low dislocation compound field Z, and accumulating or extinguishing a rearrangement.

[Claim 78]A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 61 reducing penetration dislocation by lengthening a rearrangement toward the closing defect collective region H based on pits in parallel with C side with crystal growth of a facet surface in a pit which consists of a facet surface leaning from C side.

[Claim 79]A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 47 making the surface at the time of crystal growth arrange regularly a pit which consists of a set of a facet surface and has the closing defect collective region H at the central pars basilaris ossis occipitalis, and making it carry out [ two or more ] crystal growth.

[Claim 80]A pit which consists of a set of a facet surface and has the closing defect collective region H at the central pars basilaris ossis occipitalis two or more, In arranging regularly, it is made on the surface at the time of crystal growth to symmetry 6 times. Namely, a growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 79 making a pit arrange and carrying out crystal growth so that the closing defect collective region H may be located at a vertex of an equilateral triangle supposing a set of an equilateral triangle of an identical size.

[Claim 81]A pit which consists of a set of a facet surface and has the closing defect collective region H at the central pars basilaris ossis occipitalis two or more, A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 79 in making it arrange regularly making the surface at the time of crystal growth arrange a pit, and making it carry out crystal growth so that the closing defect collective region H may be located at a square vertex 4 times supposing a set of a square of symmetry, i.e., an identical size.

[Claim 82]A pit which consists of a set of a facet surface and has the closing defect collective region H at the central pars basilaris ossis occipitalis two or more, A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 79 in making it arrange regularly making the surface at the time of crystal growth arrange a pit, and making it carry out crystal growth so that the closing defect collective region H may be located twice at a rectangular vertex supposing a set of a rectangle of symmetry, i.e., an identical size.

[Claim 83]A pit which consists of a set of a facet surface and has the closing defect collective region H at the central pars basilaris ossis occipitalis two or more, A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 79 which is characterized by the shortest distance between those pits being 50 micrometers - 2000 micrometers in a center-to-center dimension in making the surface at the time of crystal growth arrange regularly.

[Claim 84]In formation of the closing defect collective region H of a pit center section which consists of a set of a facet surface, Establish a kind which produces the closing defect collective region H on a substratum substrate, and crystal growth of the gallium nitride is carried out on a substrate, On a seed, form the closing defect collective region H, and the single crystal low dislocation company field Z is formed in a portion following pit facet surfaces other than a seed, A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 47 making a position of a kind which it is made to grow up the single crystal low dislocation complementary field Y into a portion between adjoining pits which carries out C side growth, and established the pit middle

position in a substratum substrate agree.

[Claim 85]In formation of the closing defect collective region H of a pit center section which consists of a set of a facet surface, Establish a kind which produces the closing defect collective region H on a substratum substrate, and crystal growth of the gallium nitride is carried out on a substrate which has a seed, A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 84 forming the closing defect collective region H on a seed when indices of crystal plane grow up a field of a shallower angle of inclination unlike a facet surface of a pit.

[Claim 86]A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 84 arranging polycrystal or an amorphous thin film on a substratum substrate as a kind of the closing defect collective region H.

[Claim 87]A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 86 arranging polycrystal or an amorphous thin film patterned after predetermined shape on a substratum substrate as a kind of the closing defect collective region H.

[Claim 88]A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 87 arranging polycrystal or an amorphous thin film which it was circular or was patterned after a polygon on a substratum substrate as a kind of the closing defect collective region H.

[Claim 89]A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 88 arranging polycrystal or an amorphous thin film whose diameters are 1 micrometer - 300 micrometers, and which it was circular or was patterned after a polygon on a substratum substrate as a kind of the closing defect collective region H.

[Claim 90]A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 86 arranging a  $\text{SiO}_2$  thin film or  $\text{Si}_3\text{N}_4$  thin film on a substratum substrate as a kind of the closing defect collective region H.

[Claim 91]A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 86 arranging a platina (Pt) thin film on a substratum substrate as a kind of the closing defect collective region H.

[Claim 92]A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 86 arranging a tungsten (W) thin film on a substratum substrate as a kind of the closing defect collective region H.

[Claim 93]A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 84 arranging GaN polycrystal particles on a substratum substrate as a kind of the closing defect collective region H.

[Claim 94]A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 84 arranging a GaN single crystal particle on a substratum substrate as a kind of

the closing defect collective region H.

[Claim 95] A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 84 arranging a single crystal side of dissimilar materials other than GaN on a substratum substrate as a kind of the closing defect collective region H.

[Claim 96] After producing a GaN epitaxial layer on a substratum substrate, carry out etching removal of the GaN epitaxial layer selectively, and a substratum substrate is exposed, A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 95 using the partial surface of an exposed substratum substrate as a kind of the closing defect collective region H.

[Claim 97] Produce a GaN epitaxial layer on a substratum substrate, and a mask layer which consists of polycrystal or an amorphous thin film layer which consists of dissimilar materials other than GaN is formed on it, A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 95 using a mask layer which carried out etching removal of the mask layer selectively, and was patterned after predetermined shape as a kind of the closing defect collective region H.

[Claim 98] A mask layer which consists of polycrystal or amorphous thin film layers of a dissimilar material other than GaN is directly formed on a substratum substrate, A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 95 using a mask layer which carried out etching removal of the mask layer selectively, and was patterned after predetermined shape as a kind of the closing defect collective region H.

[Claim 99] Polycrystal or an amorphous thin film patterned after predetermined shape is arranged on a substratum substrate as a kind of the closing defect collective region H, A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 87 arranging an ELO pattern for performing epitaxial lateral overgrowth in the substratum substrate surface on which a seed does not exist, and performing GaN crystal growth on a substratum substrate which has a seed pattern and an ELO pattern.

[Claim 100] Arrange an ELO pattern to a substratum substrate and a GaN thin film of low dislocation is grown up by the epitaxial lateral overgrowth method, A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 87 forming polycrystal or an amorphous thin film layer which consisted of dissimilar materials other than GaN, and was patterned by predetermined shape on a low dislocation GaN thin film, and using as a kind of the closing defect collective region H.

[Claim 101] A growing method of a single crystal gallium nitride substrate generating a pit in the kind of top preferentially by in carrying out crystal growth of the gallium nitride on a substratum substrate arranging a kind for pit generating to a substratum

substrate beforehand, and growing up gallium nitride into a substratum substrate which has a seed.

[Claim 102]As a kind for pit generating, by [ which patterned ], or arranging a thin film of polycrystal on a substratum substrate beforehand, and growing up gallium nitride into a substratum substrate which has a seed, A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 101 generating a pit in the kind of top preferentially.

[Claim 103]As a kind for pit generating, by [ which patterned ], or arranging a thin film of polycrystal on a substratum substrate beforehand, and growing up gallium nitride into a substratum substrate which has a seed, A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 101 generating a pit so that a pit bottom may come to the kind of top preferentially.

[Claim 104]By patterned  $\text{SiO}_2$  or  $\text{Si}_3\text{N}_4$  being amorphous as a kind for pit generating, or arranging a thin film of polycrystal on a substratum substrate beforehand, and growing up gallium nitride into a substratum substrate which has a seed, A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 102 or 103 generating a pit in the kind of top preferentially.

[Claim 105]A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 101 generating a pit so that a bottom may come to the kind of top preferentially by arranging particles on a substratum substrate beforehand and growing up gallium nitride into a substratum substrate which has a seed as a kind for pit generating.

[Claim 106]A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 105, wherein particles used as a kind for pit generating are GaN single crystal particles or GaN polycrystal particles.

[Claim 107]A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 101 arranging a kind for pit generating regularly to a substratum substrate, and arranging a pit regularly in a position of a pit generating kind with crystal growth of gallium nitride to a subsequent substratum substrate top.

[Claim 108]The core S inside the grain boundary K which grows holding the closing defect collective region H in crystal growth, and is made at an interface of the closing defect collective region H and the single crystal low dislocation company field Z, and closing defect collective region H. It is made to grow up as a disappearance place or a storage place of a rearrangement extended from the single crystal low dislocation complementary field Y and the single crystal low dislocation company field Z, A manufacturing method of a single crystal gallium nitride substrate considering it as a gallium nitride substrate which gives polish and has the flat surface after machining a crystal obtained by obtaining a crystal which reduced a rearrangement of a single crystal.



[Claim 109]Form in the crystal growth surface a pit which consists of facet surfaces, and the closing defect collective region H is continued and grown up into a pars basilaris ossis occipitalis of a pit, A manufacturing method of a single crystal gallium nitride substrate considering it as a gallium nitride substrate which gives polish and has the flat surface after machining a crystal obtained by obtaining a crystal which drew and reduced a rearrangement of the single crystal low dislocation company field Z around the closing defect collective region H, and the single crystal low dislocation complementary field Y.

[Claim 110]A manufacturing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 108 or 109 characterized by including at least one of slice machining, a grinding process, and wrapping processings as machining.

[Claim 111]A growing method of the single crystal gallium nitride substrate according to claim 47 characterized by considering it as which material of GaN, sapphire, SiC, a spinel, GaAs, and Si as a substratum substrate.

[Claim 112]Form in the crystal growth surface a pit which consists of facet surfaces, and the closing defect collective region H is continued and grown up into a pars basilaris ossis occipitalis of a pit, growing up thickly a crystal which drew and reduced a rearrangement of the single crystal low dislocation company field Z around the closing defect collective region H, and the single crystal low dislocation complementary field Y, using it as an ingot, and carrying out slice machining of the crystal concerned -- many -- a manufacturing method of a single crystal gallium nitride substrate obtaining a gallium nitride crystal of several sheets.

[Claim 113]A substrate face comprising:

The closing defect collective region H which is a closed field which contains in an inside the core S to which defects of a large number which penetrate a substrates face and are extended gathered, and is distinguished by the grain boundary K.

The single crystal low dislocation company field Z which accompanied to the closing defect collective region H, and was formed in the circumference.

The single crystal low dislocation complementary field Y which exists in the exterior of the single crystal low dislocation company field Z, and has the same crystal orientation.

[Claim 114]A substrate face comprising:

The closing defect collective region H which is a closed field which contains in an inside the core S to which defects of a large number which penetrate a substrates face and are extended gathered, and is distinguished by the grain boundary K.

The single crystal low dislocation company field Z which accompanied to the closing

defect collective region H, and was formed in the circumference.

The single crystal low dislocation complementary field Y which exists in the exterior of the single crystal low dislocation company field Z, and has the same crystal orientation.

[Claim 115]The single crystal gallium nitride substrate according to claim 2 which diameters of the closing defect collective region H are 5 micrometers - 70 micrometers, and is characterized by carrying out isolation distribution in a substrate face punctiform.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention]The single crystal gallium nitride (GaN) board which can use this invention as substrates of a blue light element, such as a blue light-emitting diode (LED), a blue semiconductor laser (LD), etc. which consist of a 3-5 fellows nitride system semiconductor, And it is related with the growing method of a single crystal gallium nitride substrate (GaN), and the manufacturing method of a single crystal gallium nitride substrate (GaN).

[0002]The light emitting device using a nitride system semiconductor (InGaN, GaN) is already put in practical use as blue LED, and is used. However, since a GaN board with a large area cannot be obtained, in almost all cases, insulating sapphire (alpha-aluminum  $2O_3$ ) is used as a substrate. Heteroepitaxial growth of the thin film of GaN or InGaN is

carried out on the 3 times symmetry plane of sapphire, and LED structure is manufactured. LED of a GaN system using a SiC substrate was also proposed, and it has resulted in practical use in part. The blue LED of a GaInN system manufactured on the sapphire substrate emits light, although  $10^9 - 10^{10} \text{cm}^{-2}$  also have dislocation density, and moreover it does not deteriorate, but it is long lasting in it.

[0003]sapphire -- manufacture -- it is easy, and it is easy to receive and cheap. Since it is a strong crystal also stably and physically, as a substrate of a light emitting device, it is chemically suitable. It will be that there is also a track record as a substrate of blue LED, and a sapphire substrate continues being used also in the future.

[0004]However, the light emitting device of a sapphire substrate has some faults. Cleavability is lacked, and I hear that it is insulation and it is. If there is no cleavage, a problem will arise in chip logging. Natural cleavage cannot be used when starting for every chip, after manufacturing much LED according to a wafer process on a sapphire wafer. An edged tool must cut for every chip (it is called dicing). Therefore, the yield is low and becomes a high cost.

[0005]Since it is insulation, it cannot let current pass to a substrate. That is, a n type electrode (cathode) cannot be attached to the bottom of a substrate. Then, produce a n type thick GaN layer on a sapphire substrate, and the LED structure of an InGaIn system is made with EPI growth on it, From p-GaN thin film of an upper crowning to n-GaN of the bottom of the heap, etching removal of the part is carried out, a part for n mold part is exposed, and it has the structure of attaching p electrode to upper top p-GaN of the portion which attached n electrode (cathode) here and remained in it. n-GaN must be taken as a quite thick conductive high thing. Both of electrodes must become the upper surface and must carry out the two times of the wirebonding. A process increases for such a reason and production time also increases. Since n electrode reduces emission areas, an emission area becomes narrow. Conversely, if it says, the chip area for obtaining predetermined light quantity will become large. Then, there is a tendency which becomes a high cost.

[0006]Although these are the faults as a substrate of LED, since there is no cleavage when considering it as a semiconductor laser (LD), there is a difficulty that the resonator edge face of laser is unproducible by cleavage. It is necessary to form a resonator edge face over time by polish or etching. Another fault is the height of defect density too. GaN on a sapphire substrate has many defects about  $10^9 \text{cm}^{-2}$ . In the case of LED, it does not become a problem, but is efficient and emits light. it can be said that in the case of LD degradation begins based on a defect since current density is markedly alike and high. Although a sapphire substrate has a track record as a substrate of a blue

InGaN light emitting device by such a reason, it cannot be said to be the still more nearly optimal substrate.

[0007]

[Description of the Prior Art]The thing optimal as a substrate of a nitride system light emitting device is a GaN single crystal substrate too. Since the art of manufacturing a GaN single crystal substrate quality till the present was immature, the GaN board which has a large area was not able to be obtained. If a quality GaN board can be manufactured, it should serve as the best substrate for the nitride system light emitting device. A GaN single crystal has natural cleavage. Logging to a chip is simplified by it and it becomes exact by it. The resonator face of LD can be formed now by cleavage. GaN has conductivity, if it is made into a n type substrate, and n electrode can be attached to the bottom of a n type substrate, element structure is simplified, and it can take a larger emission area. There is also no inconsistency of a grating constant between epitaxial thin films. Such an advantage is expected. [0008]However, it cannot sublimate, if a GaN polycrystalline raw material is heated, and the melt of GaN cannot be made. Therefore, large-sized crystal production art under the usual thermal balance, such as the Czochralski method, a Bridgman method, etc. which manufacture a solid crystal, cannot be used by cooling heating melt. If ultra-high pressure is applied, it is said that the single crystal growth holding a thermal equilibrium state is possible. Since only a small crystal will be made even if possible, there is no hope which can manufacture a large-sized wafer which takes a commercial base.

[0009]Then, the GaN substrate manufacturing method which obtained the single crystal self-supported film of GaN was proposed by growing up the crystal of GaN thickly with vapor phase growth on a suitable monocrystal substrate, and removing a substrate. It can be called the technique of having extended the growth-of-thin-film method. However, since a sapphire substrate is stably and physically hard chemically, after it grows GaN, it cannot be removed, but it is unsuitable as a substrate. Although the method of separating a sapphire substrate these days using laser is also tried, it is thought that the yield of large sized substrate creation is low.

[0010]The substrate with sufficient GaN and affinity should be chosen that it is easy to remove after crystal growth. For example, thick GaN which has C side on a field (111) with the 3 times symmetry of GaAs by carrying out vapor phase synthesis of the GaN to c shaft orientations is made. Since a grating constant and a coefficient of thermal expansion differ between a substrate and GaN, GaN does not grow on a substrate very much well. Even if it grows up, it will not become a monocrystal substrate large internal stress and quality. The further device was required.

[0011]Then, this invention persons originated a lateral grown method (Lateral Overgrowth) which manufactures a GaN crystal with few internal stress and defects by attaching to a GaAs substrate the mask which has many windows, and carrying out vapor phase epitaxy of the GaN from on a mask.

[0012](1) Japanese Patent Application No. No. 298300 [ nine to ]

(2) Japanese Patent Application No. No. 9008 [ ten to ]

(3) Japanese Patent Application No. No. 102546 [ ten to ]

(4) Japanese Patent Application No. No. 171276 [ ten to ]

(5) Japanese Patent Application No. No. 183446 [ ten to ]

[0013]The contents of the technique are clarified by \*\*\*\*. For example, the SiN mask (for example, 100-nm thickness) which distributed the stripe and the fenestera rotunda on the GaAs substrate which has symmetry 3 times (111) is attached. The rectangle of a mask and a fenestera rotunda are provided so that it may have symmetry 6 times and may agree in the position of the equilateral triangle vertex of the repeated pattern of an equilateral triangle. Therefore, if it sees from one window, a 60-degree central angle is made and there will be a window of six maximum contiguity.

[0014]It is made for the neighborhood of an equilateral triangle to become parallel to for example, the [-110] direction of GaAs or the [11-2] direction in the pattern. A mask has a function which eliminates GaN, GaN grows from the GaAs side of a window, and GaN is not attached on a mask. A buffer layer thinner (for example, 80-nm thickness) than a mask is formed at the introduction low temperature (500 \*\* - 600 \*\*). Since this is lower than a mask, it is a layer made only in the inside of a window. In the window in which the core of independent GaN was isolated, it grows independently.

[0015]If GaN vapor phase epitaxy is carried out at an elevated temperature from after that, GaN will be accumulated on a buffer layer. It becomes the same height as a mask soon. Although GaN was not attached on the mask, since GaN has risen from the inside of a window, also sideways, GaN grows on a mask with a lengthwise direction after that. Therefore, the shape of the right hexagon frustum centering on the center of a window is taken, and a GaN thin film grows. Although a rearrangement is included in large quantities in a GaN crystal, this is extended in parallel with a growth direction. Since a growth direction turns to width temporarily in the edge of a mask, the extending direction of a rearrangement also changes sideways temporarily. Since GaN grows holding the shape of right hexagon frustum, the revolving point of a rearrangement will be located in a line on the outward inclined plane lengthened from mask edge.

[0016]The phase meeting of the thin film which carried out sideways growth is held to the thin film which has carried out sideways growth from the adjoining window soon.

Since there is an equivalent window in the six directions and sideways (level) growth has been carried out at an equal speed from there, each thin film comes to unite simultaneously by the perpendicular bisector of a line segment which connects a window. Since the rearrangement is then extended sideways, it is anti-parallel and it collides. A rearrangement concentrates by collision. A part of rearrangements may disappear here. When a rearrangement concentrates with high density in part, it will be said that other portions become low dislocation and are available enough as a substrate of a light emitting device.

[0017]After the GaN thin film grown-up from the contiguity window meets in a bisector, it is changed into upward growth and is growing up so at c axis. It is growth holding C side. Vapor phase epitaxy is carried out over time, and the sample of GaN / mask / GaAs of remarkable thickness (hundreds of micrometers) is obtained. If a mask and GaAs are removed and it is made the independent self-supported film of only GaN, the substrate crystal of GaN will be made. GaAs can be melted and taken with aqua regia. A mask is also easily removable.

[0018]A lateral grown method has the advantage that the direction which a rearrangement extends changes twice and dislocation density decreases by it. The quite large single crystal of GaN can be grown up now for the first time by this. This was a substrate of the first GaN single crystal to be able to become independent with sufficient thickness (not less than 100 micrometers), and to be got by this invention person.

[0019]

[Problem(s) to be Solved by the Invention]However, if the quality of the gallium nitride substrate itself is not high definition, a good device is unproducible on it. As a substrate for mass production, a good crystal with low dislocation density is especially called for over the wide range.

[0020]With the lateral grown method which carries out vapor phase epitaxy using the mask which has many windows, dislocation density also has a  $1 - 2 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$  grade, and the thing of low dislocation is not made, either. As a substrate for InGaN system LD, it is still insufficient.

[0021]Then, this invention person devised the new method of decreasing dislocation density with crystal growth in order to get the gallium nitride single crystal of quality low dislocation.

[0022](6) JP,2001-102307,A (Japanese Patent Application No. No. 273882 [ 11 to ])

[0023]It is made to grow up, when carrying out lateral growth using a mask on GaAs, holding the split face (facet surface) which did not carry out vapor phase epitaxy and was rich in unevenness holding flat C side. It is made to grow up, making the surface

expose the field which did not make c shaft orientations carry out C side growth, and inclined from C side. Here, it is called a facet grown method.

[0024]Drawing 1 - drawing 3 explain the facet grown method. C axis growth of the GaN crystal 2 is carried out so that the flat surface 7 may turn into C side. The field sloping to the C side 7 is called the facet surface 6. It is made to grow up being exposed of the facet surface 6 without embedding the facet surface 6. Since a crystal is accumulated toward a top, the facet surfaces 6 gather and serve as the pit 4 of reverse coning. although the pit 4 of reverse coning looks circular, in fact, they are 12-sided six-sided pyramids ( $\{11\text{ to }2\text{ m}\}$ , or  $\{\text{one to }10\text{ m}\}$ ) or pyramids ( $\{11\text{ to }2\text{ m}\}$ , and  $\{\text{one to }10\text{ m}\}$ ) (m -- integer; -- crystal orientation is explained later). In drawing 1 -2, although the reverse 6 pyramid pit 4 which is easy to write is shown, the direction of 12-sided pyramids appears more frequently actually.

[0025]The secret of a facet grown method maintains growth, without embedding such a pit 4. Since the concave facet surface 6 goes up with growth, the rearrangements which progress in parallel with a growth direction gather to the boundary line (ridgeline 8) of the facet surface of a direction which progresses and is different towards for inner to a facet surface. The rearrangement which reached the ridgeline progresses for inner with advance of growth, reaches a pit bottom, and is concentrated to the multiplex point D. The rearrangement in the middle of many concentration exists in the ridgeline part which had an angle of 60 degrees mutually. What was concentrated at the multiplex point D serves as the linear rearrangement set defective part 11. The rearrangement group in the middle of a set comes to be contained in the vertical plane given to the bottom from the boundary line. The field which makes the angle of 60 degrees mutually such and which the rearrangement of three sheets concentrated is called surface state defect 10. When many rearrangements gather especially here, this may be in a quite stable state.

[0026]Thus, the aforementioned facet growth sweeps and collects rearrangements in a facet surface, and has the operation of sweeping to a surface state defect and a main multiplex point, and accumulating. Although crystal growth progresses upward (for c axis) on the whole, the bunch of a rearrangement is concentrated on the boundary flat surface (surface state defect 10) of three sheets. Since a growth direction always starts in the direction of the inclined plane for inner, a part of rearrangement bunch may turn into the bunch 11 of a line defect intensively eventually.

[0027]Since the surface state defect and line defect which are the bunches of an intensive rearrangement are generated to the bottom of the pit which consists of facet surfaces, the remaining portion serves as low dislocation. If it is made to grow up to

suitable thickness, GaN/GaAs sample will be taken out and a GaAs substrate and a mask will be removed. Then, the self-supported film of only GaN is made. It is transparent and can be made into a flat substrate by polish. Even if it sees by the eye, it is material like flat smooth glass, and a rearrangement is not visible. A rearrangement can be seen by etching with a special etching reagent, making a pit appear, and carrying out microscope observation. The difference in material can be seen also with a fluorescence microscope.

[0028]When microscope observation of the dislocation density of the low dislocation field on a substrate was carried out, it turned out that it decreases to what and below a  $10^6 \text{ cm}^{-2}$  grade. In lateral growth, it means that dislocation density had decreased by about 1 more figure since there was dislocation density about  $1 - 2 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ . It was a skillful and useful invention.

[0029]However, it turned out that there is a problem, considering the technical problem that the GaN single crystal which can be used also for such an exquisite invention as a substrate of LD is made.

[0030]Since rearrangements are collected to the bottom of a pit by carrying out crystal growth without embedding the pit which consists of facet surfaces, a rearrangement is concentrated on narrow space. However, it did not always concentrate on one point thoroughly, and there was a problem of barracks for a while. For example, when the pit of a 100-micrometer diameter is formed, depending on a part, a rearrangement concentrates on the narrow range of several micrometers of the center of a pit. However, in other parts, it may be said that it spreads in the range of about 30 micrometers vacantly, and a rearrangement exists in it.

[0031]The rearrangement which once concentrated this spreads with rose \*\*\*\* MOYAMOYA again. It can also be called an open seam of an intensive rearrangement. It turned out that the muscle of MOYAMOYA and the spreading rearrangement is a thing including most number of rearrangements. That is, I hear that there may be a muscle of MOYAMOYA and the spreading rearrangement like clouds by using the central point of a pit as a core by a part, and it is. MOYAMOYA can be directly seen by the fluorescence microscope observation of point \*\*. As for drawing 3, the aggregate bundle 15 of a rearrangement of a pit bottom explains the situation where a rose \*\*\*\* rearrangement spreads around.

[0032]In order to extend a low dislocation field, when the path of a pit is enlarged more, the muscle of a MOYAMOYA-like rearrangement shows the tendency which increases more. The number and area of a rearrangement which are torn since the number of the rearrangements concentrated to a central core will increase, if a pit diameter is enlarged,



and become nebula-like also increase.

[0033]then, why the once condensed rearrangement is solved from a core -- where is the cause which a ? open seam produces? this invention person considered such a thing. If it was probably the result of the repulsive force committed between rearrangements, this invention person would notice.

[0034]Although a rearrangement is extended in the growth direction with growth, and it may part and meet, it does not disappear simply. It only disappears and concentrates. Since a rearrangement is disorder of a crystal, if a rearrangement approaches in parallel, the mismatching of a crystal will be made compressed between them and the energy of a lattice will increase. The increase in lattice energy brings about repulsive force. Since it will centralize disorder of grids structure and will raise energy if it approaches mutually, although a rearrangement is extended to where in one dimension, it will produce repulsive force. such dynamism appears only after it makes a rearrangement condense also  $10^4$  twice [ $10^3$  twice ], and it is not known until now.

[0035]If 1000 or no less than 10000 dislocation lines are brought together in the narrow range, the repulsive force between them will also become remarkable. Even if it once condenses to a sake, a dislocation line solves from a part. It will generate the MOYAMOYA nebula-like structure which drifts and is visible to the surroundings of a core.

[0036]The dislocation density in a MOYAMOYA dislocation line is larger than the dislocation density ( $10^6 \text{ cm}^{-2}$  order) of the average which includes other portions by a  $10^7 \text{ cm}^{-2}$  order grade 10 or more times. The dislocation density of a MOYAMOYA dislocation line is insufficient as an LD board. In order to be able to use as an LD board, to be below  $10^6 \text{ cm}^{-2}$  order too is desired. The problem of the MOYA-like rearrangement by open seam and this are the first problem.

[0037]When the following problem centralizes a rearrangement on pit 4 bottom which consists of the facet surface 6, it is the surface state defect 10 where the angle of 60 degrees is mutually made and made in the pit center section. Since a rearrangement will concentrate on the boundary of a facet surface and will remain there if a pit is maintained and is grown up, it concentrates on surface state and becomes the surface state defect 10. It is thought that a rearrangement is what aligned in parallel at surface state, and the surface state defect which is contained in a pit axis, makes the angle of 60 degrees mutually, and has symmetry 6 times is a lump of a rearrangement. A surface state defect is a problem of a crystal defect in the MOYA-like rearrangement of point \*\*. From a pit core, a surface state defect makes the angle of 60 degrees, and exists radiately. Occasionally gap of a crystal face may be produced in the both side surfaces

of the surface state defect. It is expected that existence of these surface state defect causes degradation, and shortens the life of laser when an LD element is manufactured on a substrate. Therefore, it is necessary to reduce a surface state defect. [0038]The last problem is root-like. I hear that distribution of a pit is what [ a thing / exact rate ] that cannot be foreseen by chance, and it has it. That is, I hear that it is random and there is distribution of a defect. It cannot know specifying beforehand where as for the aforementioned facet grown method which decreases a rearrangement, a pit is made by making it grow up without embedding a facet pit as it is as mentioned above, either. It will be said that the pit which consists of facet surfaces is formed there by chance, and a rearrangement concentrates it there by chance. It becomes a problem that distribution of the bunch of a rearrangement is probable and accidental.

[0039]When a wafer process is performed using the GaN wafer and many GaN-LD chips are manufactured, it can be said that the stripe (active layer) of LD is applied to a rearrangement bunch by chance. The LD will be a short life if the bunch of a defect exists in a luminous layer. The LD chip which has required the stripe for the portion must be removed beforehand. It will be said that it lowers a laser manufacturing yield.

[0040]Although the size of the LD chip manufactured on a GaN board is not decided uniformly, suppose that the luminous layer (stripe) formed in central length, for example at 400 micrometers in width and 600 micrometers in length is 2-3micrometer width x600micrometer. It considers manufacturing rectangle top LD of 400 micrometers x 600 micrometers on a wafer. Total breadth may be able to think that it is rare for a dislocation core and a MOYAMOYA rearrangement to lap with a stripe supposing only 3 micrometers is a stripe among those in 400 micrometers. However, that is not right. Even though width of a stripe is narrow, since the length must be the same as chip length and it must moreover be a straight line, it is what may happen frequently that a dislocation core (concentrating points of a rearrangement) starts a stripe.

[0041]In order to manufacture the substrate for LD, it is required for stripes to be a dislocation core and a substrate which can be prevented from starting a MOYAMOYA rearrangement. Therefore, it is troubled if it says that there is no telling where a rearrangement bunch (dislocation core) is made. That is not right and it is made to like to perform position control of a dislocation core positively. Though it is unavoidable, it is arranged that a dislocation core occurs so that conveniently, when manufacturing LD, and arrangement should just understand it beforehand. A crystal growth method which makes position control of a dislocation core (bunch) possible such is desired.

[0042]Three points described above are the technical problems of this invention. It is

the following when it repeats once again.

[0043](1) Reduction of MOYAMOYA-like distribution of the rearrangement from the rearrangement collective part of the center of a pit which consists of facet surfaces.

(2) Disappearance of the surface state defect of the rearrangement collective part of the center of a pit which consists of facet surfaces.

(3) Control the position of the rearrangement collective part of the center of a pit which consists of facet surfaces.

An object of this invention is to solve these three difficult technical problems.

[0044]Before starting explanation of an invention, a little term is explained. Although it is vapor phase growth first, and vapor phase growth is used as a thin-film-forming method of GaN, there are the HVPE method, the MOCVD method, the MOC method, and the sublimating method in it. This is used also for manufacture of a substrate.

[0045]1. HVPE method (hydride vapor phase growth; Hydride Vapor Phase Epitaxy)

The metal Ga is used as a Ga raw material. A nitrogen material is ammonia  $\text{NH}_3$ . A substrate is put on the susceptor of the lower part of a hot wall type reactor, and Ga metal is put in and heated on the upper boat. Hydrogen gas + HCl gas is sprayed there, and gallium chloride GaCl is generated. This takes hydrogen gas and hits the substrate heated by carrying out a drift in the lower part. Hydrogen gas + ammonia gas is supplied near the substrate, ammonia reacts to GaCl, and it is accumulated on the substrate which compounded GaN and was heated. A raw material is Ga metal, and since GaCl is made, there is an advantage that carbon does not go into a GaN thin film.

[0046]2. MOCVD method (organic metal CVD; Metallorganic chemical vapor deposition)

This is a method used most ordinarily as a GaN thin film grown method. In a cold wall type reactor, the organic metal raw material and ammonia  $\text{NH}_3$  of Ga, such as TMG (trimethylgallium), are sprayed on the substrate heated with hydrogen gas ( $\text{H}_2$ ). Being frequently carried out by the thin film forming of gallium compounds other than GaN uses an organic metal as a gallium raw material. Ammonia reacts to TMG on a heating board, GaN is compounded, this accumulates, and a thin film is formed. This method has a track record as the thin-film-forming technique. However, it is not a thin film, and when it is going to produce a thick substrate crystal, there is a problem. Since this method uses a lot of gas, its material gas yield is low. In a thin film, although it is not a problem, when it is substrate formation, the lowness of yield serves as a fault. It may be said that carbon mixes another problem into it when GaN is formed, since a raw material exists [ carbon ] including an organic matter. Carbon serves as a deep donor, lowers electron mobility, and may worsen an electrical property.

[0047]3. MOC method (organic-metal-salt ghost vapor phase growth; Metallorganic Chloride method)

Ammonia is used as a nitrogen material, using organic metallic compounds, such as TMG, as a Ga raw material. Unlike the MOCVD method, TMG and ammonia are not combined directly. HCl (hydrogen chloride) gas is made for TMG to react with a hot wall type reactor, and GaCl is once compounded. Even the substrate heated in the state of the gas flows through this. Since ammonia is supplied near the substrate, GaCl reacts to ammonia near the substrate, and it serves as GaN, and is deposited one by one on a substrate. In order to use an organic metal, there is also a fault that mixing of carbon to a thin film arises. However, material gas yield is higher than MOCVD.

[0048]4. the sublimating method -- this does not use gas as a raw material. Let GaN of polycrystal be a raw material. At the place of another \*\*, establish a temperature gradient for the solid GaN and a substrate in a reactor, heat and evaporate the solid GaN, it is made to move to a substrate with a lower temperature, and a GaN thin film is made to deposit on a substrate.

[0049]Next, crystal orientation is explained. Although it is visible like the common sense of the field, it is not necessarily well-known to such a thing. There is also confusion and it may be said that he cannot understand space geometry explanation for readers. Since crystal orientation describes the structure of this invention henceforth, the definition of the direction should be made clear. GaN belongs to a hexagonal system. In that case, three indices which show a field and a direction have four things to be used and a thing to be used. The method of using four is adopted here. A mode of expression is described about it.

[0050]There are some of every promises about a crystal face and expression of crystal orientation. The general expression expressing a plane direction uses wave parenthesis {} like {hkml}. h, k, m, and n call it indices of crystal plane (or Miller index), and are certainly an integer. Expression of an individual plane direction is expressed as parenthesis () is used (hkml). General expression of crystal orientation is expressed as <hkml> using key parenthesis <>. Individual expression of crystal orientation is expressed like [hkml] using square bracket []. A crystal face with the same indices of crystal plane and crystal orientation intersect perpendicularly. That is, the direction which intersects perpendicularly with (hkml) is [hkml].

[0051]The symmetry operation allowed by the symmetric group to which the crystal belongs is decided. When returning by symmetric transformation operation, those fields and directions are expressed by the same general expression. Since rotatably operating is allowed 3 times about the first three indices in the case of a hexagonal system, the

symmetry operation which replaces h, k, and m mutually is equivalent. However, the index n of c axis is peculiar and cannot carry out an interconversion with these three indices. All the individual sides which leave the generalization side of {hkmn} from one individual side (hkmn) with general expression, and can reach by all the symmetry operation allowed are included. Even if it calls it a hexagonal system, with a crystal, the symmetry operation allowed has a kind of still some, and cannot say 1 for which being contained in general expression that it is.

[0052] There is symmetry in a GaN crystal 3 times. Therefore, (hkmn), (kmhn), (mhkn), (hmkn), (khmn), and (mkhn(s)) are six individual sides included in general expression {hkmn}. Conversely, it is expression with equivalent six of general expression {hkmn}, {kmhn}, {mhkn}, {hmkn}, {khmn}, and {mkhn}. Although indices of crystal plane are an integer and a custom attaches an upper line to a negative number, since an upper line cannot be attached on specifications, the numerals of minus will be attached in front. However, since a comma is not attached between indices of crystal plane, distinction attaches simply whether they are indices of crystal plane and coordinates.

[0053] GaN has three axes which have symmetry 3 times with a hexagonal system. Two of them are called an a-axis and b-axis. Since there is no name in eye three axes, since it is inconvenient, then, it is considered as d axis. That is, an abd axis makes the central angle which is 120 degrees, and is established. The axis which intersects perpendicularly with the field which these 3 axis includes is c axis. C axis is a peculiar axis in a hexagonal system, and does not have the symmetry between abd axes. A crystal face is a set of a countless field parallel to each other turned to the same direction. The direction of a crystal face is a reciprocal of the value which broke by the length of the axis the length of the contact piece in which the crystal face of the 1st sheet cuts each axis. That is, when cut an a-axis with a/h, a b-axis is cut with b/k, d axis is cut with d/m and it cuts c axis with c/n, the indices of crystal plane are expressed as (hkmn).

[0054] Therefore, it is such a fundamental field and the number of fields is also few reasons that indices of crystal plane are small. Crystal orientation [hkmn] is defined as a direction which intersects perpendicularly with a field (khmn). The three indices h, k, and m in front of inner [ of four indices ] are not independent. Since it is two dimensions, there is also the method of expressing as two indices and actually expressing as two indices. However, four indices are used in order to make symmetry legible here. Therefore, although h, k, and m are linear dependence, in the meantime, legible sum rule  $h+k+m=0$  is always realized. [0055] In GaN, three typical fields exist. One is C side. This can be expressed like a field (0001). That is, it is a field which intersects perpendicularly with c axis. Although a field and an axis intersect

perpendicularly mutually, a field is a capital letter henceforth, and an axis will be expressed and distinguished in a small letter. GaN has the 3 times symmetry of the circumference of c axis. That is, it has the symmetry which returns to a basis by 120 rotations. When carrying out crystal growth of the GaN on a substrate of a different kind, c shaft orientations are certainly grown up. When hetero-epi growth is carried out on a GaAs substrate or a sapphire substrate, it certainly becomes growth of c shaft orientations. GaN does not have inversion symmetry. Therefore (0001), a field and a field (000-1) are different fields.

[0056]The typical field of the No. 2 side is called M side. It is a cleavage plane. It passes along one shaft tip among symmetry 3 axes (a, b, d), and is a field parallel to which [ two ] other axes and c axis. (Blanket expression {1-100}, {01-10}, {-1010}, {-1100}, {0-110}, {10-10}, individual expression (1-100) and (01-10), -1010, (-1100), (0-110) (10-10), etc. can express. Although all blanket expressions are equivalent, individual expression means a different field. A different field makes the angle of 60 degrees mutually. It is not an angle of 90 degrees and should be cautious of it being 60 degrees. Expression called M side is a common name, and useful to express the representation direction of GaN.

[0057]A typical field is said as A side to the 3rd. A biaxial tip is connected among symmetry 3 axes (a, b, d), and it is a field parallel to c axis. (Blanket expression {2-1-10}, {-12-10}, {-1-120}, {-2110}, {1-210}, {11-20}, individual expression (2-1-10), (-12-10) and (-1-120), -2110, (1-210) (11-20), etc. can express. Although the above-mentioned blanket expression {--} means an equivalent thing, individual expression (--) shows another field.

[0058]Since symmetry does not have GaN 6 times, the upper individual field shows the field of two kinds. Each individual side makes the angle of 60 degrees mutually. It should be cautious of it not being 90 degree. A side is a common name about this field. It is a useful expression. It should distinguish from the a-axis. The direction <2-1-10> with the same indices of crystal plane as A side is a direction which intersects perpendicularly with A side. It is parallel to either of the M sides. Although it can be called a direction, it does not say such. Although the direction <1-100> with the same indices of crystal plane as M side is a direction which intersects perpendicularly with M side, it is parallel to A side. It seems that it does not say such although this can be called m direction. GaN has three typical fields, C side, A side, and M side such.

[0059]The facet surface which comes out behind is what leaned A side and M side to c shaft orientations for a while, and it is constituted. Therefore, for example, it is the facet {2-1-11} and {2-1-12} which were derived from A side, the facet {1-101} derived from

M side, {1-102}, etc. The 6th equivalent page gathers and a pit is constituted. A six-sided pyramid type pit consists of a facet {1-101} which consisted of the facet {2-1-11} and {2-1-12} which were derived from A side, or was derived from M side, and {1-102}. Since A side also makes the angle of 60 degrees of M side for it and six exist, when it becomes a hole, it becomes a 6 pyramid-like pit. In addition, although a 12 pyramid-like pit is also formed, since A side facet {2-1-11}, {2-1-12}, M side facet {1-101}, and {1-102} are put together, it serves as a dodecagon. It seems, also when the field of these is the field shifted for a while in the case of the dodecagon.

[0060]The 4th index n is 1 or 2 in the above-mentioned facet. Since such a thing of low indices of crystal plane appears in many cases, these are described. For example, if A side {2-1-10} is leaned for a while to c axis, it will become {2-1-11} side. It will be set to {2-1-12} if it furthermore leans. If the value of the 4th index n is large, the inclination to c axis will also become large. That is, it approaches horizontally. Although the facet surface of the high order index beyond it may appear about n, most is  $n=1$  or about 2.

[0061]The concept of the facet of a two-step pile comes out in behind. Two kinds of facets called the facet which constitutes a pit, and a facet shallower than it appear. Since there are no random preparations of the context, it is explained beforehand here. I hear that the thing that it is shallow is more horizontally close to C side, and there is. That is, I hear that Miller-index n of c shaft orientations is large, and there is.

[0062]Usually, it is said later that the facets which appear in the circumference of a pit are {11-22} and {1-101}. It is a about a shaft length, and when c shaft length is expressed by c, the angle of inclination over C side of {1-101} side is  $\tan^{-1}(3^{1/2}a/2c)$ . The angle of inclination over C side of {11-22} side is  $\tan^{-1}(a/c)$ .

[0063]If it is called a shallower facet, n, such as {11-23}, {1-102}, {11-24}, and {1-103}, will say a large thing. The inclination to C side of {one to 10 n} ( $n \geq 2$ ) is  $\tan^{-1}(3^{1/2}a/2cn)$ . If n is larger than two, this value will become smaller than the value of  $n=1$ . The angle of inclination over C side of the {11 to 2 n} ( $n \geq 3$ ) side is  $\tan^{-1}(2a/n)$ . If n is larger than three, this value will become smaller than the value of  $n=2$ . Therefore, the thing of such high n is expressed as the shallow facet.

[0064]GaN is a hexagonal system and is a wurtzite type. Six right hexagon vertices, the bottom to which a Ga atom exists in a center, and six right hexagon vertices and the upper surface to which a Ga atom exists in a center, Below the middle of the bottom and the upper surface, six right hexagon vertices, the field between Shimonaka where N atom exists in a center, and the interface to which three Ga atoms exist upwards for a while and the field between Uenaka where three N atoms exist on it are for a while. Although there is symmetry 3 times, there is no inversion symmetry. Symmetry does

not have 6 times, either.

[0065]Sapphire, Si, GaAs, etc. are used as a substratum substrate. Although sapphire ( $\alpha$ -aluminum  $_2O_3$ ) is a trigonal system, its symmetry is bad and symmetry does not have it 3 times. There is also no inversion symmetry. Since symmetry is bad, there is also no cleavage.

[0066]Si is not a hexagonal system but cubic system, and takes diamond structure. Therefore, a Miller index is three. Three indices can describe a plane direction (khm) thoroughly. There is no above-mentioned sum rule with three independent indices, and it is  $k+h+m \neq 0$ . A trigonal axis is the direction of a diagonal line, it -- a field (111) -- it kicks. In the case of the usual Si device (001), a field is used, but it does not have symmetry 3 times. Here, 3 times, since symmetry is required, in the case of Si, a field (111) is used.

[0067]GaAs is also not a hexagonal system but cubic system, and sphalerite (ZnS;Zinc Blende) structure is taken. Therefore, a Miller index is three. Three indices can describe a plane direction thoroughly. A trigonal axis is the direction of a diagonal line, it -- a field (111) -- it kicks. In the case of the usual GaAs device, a field is used from the relation of cleavage (001), but it does not have symmetry 3 times. Here, 3 times, since symmetry is required, also in GaAs, a field (111) is used. Even if GaAs does not have inversion symmetry and it calls it a field (111), there are two kinds. That is, they are a field out of which As comes outside (111), and a field out of which Ga comes outside (111). If necessary (111), it is called As side, Ga (111) side, etc., and distinguishes.

[0068]

[Means for Solving the Problem]Although how to have originated this invention person who completes a rearrangement as a pit pars basilaris ossis occipitalis, and makes the remaining portion low-dislocation-ize by growing up GaN was brilliant, not having maintained flat C side but holding a facet surface, it explained that there was still a problem and three technical problems occurred.

[0069](1) Reduce MOYAMOYA-like distribution of a rearrangement from a rearrangement collective part of a center of a pit which consists of facet surfaces.

[0070](2) Extinguish a surface state defect of a rearrangement collective part of a center of a pit which consists of facet surfaces.

[0071](3) Control a position of a rearrangement collective part of a center of a pit which consists of facet surfaces.

[0072]All are technical problems with difficult solution. These problems are explained further. It is thought that the biggest problem of point \*\* of this invention person who does crystal growth is a state of aggregation of a rearrangement carrying out formation



maintenance of the facet-like pit. Drawing 3 (1) and (2) shows a set of a rearrangement in a prior \*\*\*\*\* pit. The pit 14 which becomes somewhere in GaN crystals 12 part from the facet 16 occurs. A generated position of the pit 14 cannot be given beforehand. It is accidental. If the flat face 17 grows up to be C plane direction, the facet surface 1 will also go up and a bottom of the pit 14 will be covered with the rearrangement 15. As shown in drawing 3 (2), it only has the rearrangement group 15 in a pit bottom temporarily, and the rearrangement itself is scattering, it is opened wide and may spread again.

[0073] In a pit section which consists of facet surfaces, when using the anisotropy of a propagating direction of a rearrangement in a facet surface and collecting much rearrangements in the center of a pit, a state of aggregation of the rearrangement becomes a problem. Although a rearrangement can be centralized in the center of a pit, since the state where it is concentrated with high density has a rearrangement, and it does not disappear but a pit is opened wide, various problems are generated.

[0074] Although this invention person's method centralizes a rearrangement existing [ many ] in the center of a pit using growing up while a pit of facet growth had maintained shape, it produces a problem with a new set of a high-density rearrangement.

[0075] By a case, the rearrangements with a Burgers vector of an opposite direction collide and disappear. However, a rearrangement which was swept by one facet surface and gathered is considered to be what has many rearrangements of a same sign. Therefore, a rearrangement which gathered is an opposite sign and it seems that disappearing mutually will hardly happen. In a set of a rearrangement of a same sign, a rearrangement remains forever without disappearing. Since it is made to merely concentrate, there is an advantage that the remaining portion low-dislocation-izes.

[0076] However, although a rearrangement of a same sign should just concentrate on a line and a field quietly, in fact, that is not right. Diffusion of a rearrangement of MOYAMOYA is seen from a rearrangement concentration portion like point \*\*. It seems that that is because repulsive force will occur between rearrangements if a rearrangement of a same sign concentrates if ? and its reason are considered for why it starts.

[0077] It is the rearrangement which gap of a lattice followed. If the same rearrangement (same sign) concentrates towards gap, since the direction of gap will be doubled, lattice dynamics energy increases. Therefore, it is necessary to reduce energy and it serves as repulsive force. For repulsive force committed to rearrangements, a rearrangement solves from some concentration objects of a rearrangement, and it becomes the breadth of a rearrangement of MOYAMOYA. It is troubled if a part of rearrangement is solved

and spread to have made it concentrate with much trouble.

[0078]A pit unites to it, by unification of a rearrangement group, a rearrangement group is confused, or a rearrangement condenses and dislocation density rises further. It may be said that it is also for the reason and a MOYA-like rearrangement spreads further. This is a problem of the aforementioned rearrangement MOYAMOYA distribution of (1).

[0079]When rearrangements gather to a center of a pitch which consists of facets depending on a situation, a central angle of about 60 degrees is made to it from a center, and a surface state aggregate of a rearrangement may be radiately formed in it. It is the surface state defect 10 of [drawing 1](#) (b). This is for rearrangements to gather with an angle which is 60 degrees. When rearrangements of a same sign gather, repulsive force may work to rearrangements, and it cannot concentrate in the center, but it may be said that a rearrangement concentrates on the radiate surface state defect 10. It makes a surface state defect firmer.

[0080]When two or more pits unite and a pit is enlarged, the number of rearrangements which gather toward a center of a pit also increases, and a surface state defect which accompanies it large-area-izes more.

[0081]Since he has left a position which a facet furthermore generates to a natural phenomenon, it is irregular. A pit position is accidental and cannot be determined beforehand. It is uncontrollable. A pit position becomes hindrance when producing a device to a substrate, when [ since it is random, ] area of a MOYAMOYA-like rearrangement group has increased, irregularity, no limiting, and. Quality of a device and a yield will be lowered.

[0082]In order to solve these technical problems, when a pit which consists of facet surfaces is maintained, and is grown up and a rearrangement is gathered in the center of a pit, this invention person thinks that it is a problem not to converge only by a rearrangement stagnating in a collective part (rearrangement group 15 of [drawing 3](#) (2)).

[0083]When a rearrangement group in a collective part had a disappearance mechanism of a rearrangement, and an accumulation mechanism in a collective part of a rearrangement, it was fixed, and re-diffusion did not start but this invention person thought that it was effective.

[0084]Since a rearrangement could be extinguished or it was made to accumulate if a disappearance mechanism or an accumulation mechanism of a rearrangement was during a crystal even if a rearrangement concentrated on a narrow field, this invention person thought that a rearrangement should cease to make a rose beam \*\*\*\*\* defect.

[0085]What is used as a disappearance / accumulation mechanism of a rearrangement?

It is a problem, this invention person forms a defect of a grain boundary etc., and it was made to disappear or store up a rearrangement according to a defective side intentionally into a single crystal. A defect of the grain boundary etc. is made positively and it was made to extinguish whether a rearrangement is stably accumulated by this. It is the 1st new idea of this invention.

[0086]This invention newly tends to make the grain boundary and tends to use it effectively. Drawing 4 illustrates it. The pit 24 which has the facet surface 26 is generated by the GaN crystal 22. With growth, a rearrangement moves in parallel with C side via a facet surface, and results in the pars basilaris ossis occipitalis 29 of the pit 24. An extending direction of a subsequent rearrangement is parallel to a growth direction (c shaft orientations). The defect collective region 25 closed following the pit pars basilaris ossis occipitalis 29 is made. The closed defect collective region 25 absorbs the aforementioned rearrangement. A rearrangement is accumulated in the defect collective region 25 which disappeared or was closed.

[0087]Once it is accumulated, it will be hard to go away to the exterior again. Therefore, also in the meaning, it can say, "It closed." What is closed is the grain boundary K surrounding outside of the defect collective region 25. This blocks the defect collective region 25. If a rearrangement is captured, it will already re-be hard to be spread.

[0088]then, what it does for making the grain boundary K which closes the defect collective region 25 -- when facet growth is carried out maintaining a ? facet, it is as having already stated that a rearrangement concentrates on a center-section bottom of a pit which consists of facets. The grain boundary is generable on those boundaries by forming a different crystal from a surrounding single crystal in a center section of this pit. It may be a single crystal from which a direction is different, and is good also as polycrystal which cannot define a direction uniquely because what is necessary is just to make a different crystal which is different from a surrounding single crystal. Anyway, as for it, since a surrounding single crystal has a uniform direction and is a single crystal on the whole, if a different crystalline which is different from it is formed in a pit center section, the grain boundary should be made among these heterogeneous crystals. A case where polycrystal is first formed in a pit center section is explained.

[0089]Specifically, a polycrystalline region is formed in a pit center section. The grain boundary K is generated between surrounding single crystal regions and a polycrystalline region of a portion where a pit bottom is narrow. It is considered as disappearance and a storage place of a rearrangement of the grain boundary K. Although it is the purpose to reduce a rearrangement, the grain boundary including many rearrangements is newly generated, and it is used effectively on the contrary. Of

course, not only these grain boundaries but an internal field surrounded in the grain boundary can be made into a storage place of a rearrangement. It is the idea dramatically attached in a mind table, and is novel. [0090]Such, by forming a sink (suction) of a rearrangement, this invention can prevent growth of MOYAMOYA-like distribution and can be extinguished in part. Reduction disappearance of a surface state defect which spreads from a pit center section can be promoted.

[0091]When research was furthermore repeated, a field which functions on such a rearrangement as disappearance and a storage place discovered that it is not what is restricted to polycrystal. If a single crystal and crystal orientation of others [ it ] differ from each other even if it generates single crystal regions following a pit pars basilaris ossis occipitalis, since the grain boundary K is made between them, the grain boundary K will serve as disappearance and a storage place of a rearrangement. For example, also when it is the inversion layer which c axis reversed, namely, Ga side and a nitrogen side reversed, it contains. In a predetermined field of a GaN crystal, only 180 degrees of the <0001> directions of the other field and a GaN crystal were reversed, and polarity (polarity) has reversed a reversal phase here. Although the surface of a field (0001) of a GaN crystal is a Ga atom side, a field (000-1) is a nitrogen atom side.

[0092]It was a single crystal, and even if other single crystals and directions of a field were the same, when it was surrounded by a plane defect and surrounded in a small angle tilt boundary, it turned out that the small inclination grain boundary K serves as disappearance and a storage place of a rearrangement. That is, it is a field following a pit center-section pars basilaris ossis occipitalis, [0093]A. Single crystal regions surrounded in a small angle tilt boundary although a single crystal and a direction of a circumference of single-crystal-regions C. from which a single crystal of a circumference of polycrystalline region B. and a direction are different were the same [0094]It comes out, and if it is, since the grain boundary K is made between those fields and a surrounding field, the grain boundary K has disappearance and cumulation of a rearrangement. If a rearrangement can be extinguished, it is effective, but it is also effective to make it accumulate and not to release. Each portion used as such a crystal core builds in a crystal defect, and since it is moreover surrounded in the grain boundary, it can call it "a closed defect collective region." the substructure itself [ such ] -- it is new.

[0095]In a closed defect collective region, since it is redundant, I will call it the closing defect collective region H. This has the core S which is generated by pars basilaris ossis occipitalis of a pit which is a set of a facet surface in facet growth, and has a surrounding single crystal and a certain different crystallinity, and means a field that the

surface is wrapped by the grain boundary K. That is, the core S is A, B, or C, and the closing defect collective region H consists of the core S and the grain boundary K. If it says symbolically,  $[0096]H=S+K[0097]K=A, B, \text{ or } C[0098]$  It is saying. Although K is the grain boundary, it can disappear and accumulate a rearrangement. The core S is in an inside of K, the surrounding single crystal has a certain point-of-difference \*\*\*\* crystallinity, and it is generated by pars basilaris ossis occipitalis of a pit in facet growth. It is called the closing defect collective region H including these two ingredients. The deepest part of a pit is in the closing defect collective region H, and a collective part of a rearrangement has arisen here. Although the grain boundary K seems to be about disappearance and cumulation of a rearrangement in the upper explanation, the core S not only inside it but the closing defect collective region H has disappearance and cumulation of a rearrangement. Both K and S have disappearance and cumulation of a rearrangement.

[0099]It cannot be specified beforehand where a pit is made in prior [ of this invention person ] (JP,2001-102307,A). If that is right, it cannot be decided beforehand where the closing defect collective region H generated succeeding a pit pars basilaris ossis occipitalis is made. However, what correlation in which a closing defect collective region was made understood in the center of a pit has a meaning. Furthermore, an artificer advanced research and discovered that the closing defect collective region H can be given beforehand.

[0100]Although a talk becomes reverse, if a position of the closing defect collective region H can be beforehand given by a certain means, it will be said that a place where a pit appears is decided. Since these points have various leaps, it should fully be careful.

[0101]A means to decide the closing defect collective region H is described in detail later. If it says simply, I hear that a thing used as a "seed" is regularly arranged to a position which I want to be able to do a closing defect collective region of a substratum substrate, and it is to it. If GaN is grown up from moreover, a pit will be generated following a seed and a closing defect collective region will be made following a pit.

[0102]If the closing defect collective region H is decided, since this field has the slow growth rate as compared with growth of other C sides, it will serve as a low hollow (pit) compared with other portions which carry out C side growth. When it comes to a hollow, the circumference is surrounded in a facet surface with stable indices of crystal plane of the low next. A facet surface grows greatly with growth and it serves as a pit. Since a pit is maintained during facet growth, without disappearing, the closing defect collective region H is continuously generated following a pit. Since it grows up to be a lengthwise direction, all tops serve as a closing defect collective region from a position

of the first fixed closing defect collective region H. A pit position can be controlled now by such a technique. A closing defect collective region can be made in arbitrary positions. It is also one of the remarkable features of this invention.

[0103] There is a mechanism of another closing defect collective region generation. Although a pit consists of facet surfaces, a facet surface where an angle is shallow is formed in a bottom of a pit, and other facet surfaces of a shallower inclination (n of c axial surface index is large) serve as a double facet surface structure is easy to be formed in the pars basilaris ossis occipitalis (shown in (3) of [drawing 5 \(b\)](#)). This fixes a pit center. The closing defect collective region H is generated following a shallow facet surface. Although mentioned later for details, when the closing defect collective region H consists of a reversal phase of c shaft orientations which only 180 degrees of the <0001> directions of a GaN crystal reversed to the surroundings, this phenomenon appears clearly.

[0104] Generation of a closing defect collective region is considered as follows. When polycrystal is formed on a seed, a closing defect collective region serves as polycrystal, and is clearly distinguished from other single crystal portions. The grain boundary K occurs in a boundary.

[0105] However, a closing defect collective region has not only polycrystal but a case of a single crystal. Although it is a single crystal, a surrounding single crystal portion and crystal orientation are different. The direction of a difference is various. This is also described in detail later. why crystal orientation is different -- ? -- since a closing defect collective region is formed so that a facet surface (n is large) of a small inclination may generate it at the pit pars basilaris ossis occipitalis and it may be made into the whole surface, though a closing defect collective region is a single crystal, other single crystal portions and crystal orientation are different. Since crystal orientation is different, the grain boundary K is certainly made on a closing defect collective region and a boundary of other single crystal portions. A set of a defect which the seal direction of the core S of a closing defect collective region was thoroughly carried out by the grain boundary K, and it closed by it is made. It is the closing defect collective region H.

[0106] Thus, the method of making a closing defect collective region used as  $H=S+K$ , and carrying out facet growth of the GaN can solve all of three problems described previously. Since absorption accumulation is carried out by the grain boundary K of point \*\* and a rearrangement of the shape of MOYAMOYA diffused from a center of a pit cannot be solved, it is not left any longer to the exterior. A surface state defect which makes 60 degrees generated from a pit center-section pars basilaris ossis occipitalis can be drawn near by the grain boundary K, is accumulated into it, and does not come out to

the exterior.

[0107]A contingent problem that an active layer (stripe) may lap with a pit when LD is made, since a pit center position does not become settled is solvable by deciding beforehand a position which can do a closing defect collective region, i.e., a pit, positively. That such a pit position can be planned can also say that it is the most useful advantage in this invention.

[0108]A principle of this invention was explained above. It was also said that the three aforementioned problems (a MOYAMOYA rearrangement of a center of a pit, a surface state defect, difficulty of position control) are solvable by this invention. A still more concrete mode of this invention is described in more detail below.

[0109]

[Embodiment of the Invention]An embodiment of the invention is described. The basic principle of this invention is the following.

[0110]Gallium nitride is grown up so that the pit which consists of facet surfaces may always exist in the surface and the closing defect collective region H which is a set of a defect may exist in an inside, By considering it as the disappearance place of a rearrangement of the grain boundary K which is an interface of the closing defect collective region H and the single crystal low dislocation company field Z of the circumference, and a storage place, It is in the place referred to as decreasing the rearrangement in the single crystal low dislocation company field Z around the closing defect collective region H, and the single crystal low dislocation complementary field Y, and obtaining the GaN crystal substrate of low dislocation (claim 45).

[0111]Or gallium nitride is grown up so that the pit which consists of facet surfaces may always exist in the surface and the closing defect collective region H which is moreover a set of a defect may exist in an inside, By considering it as the grain boundary K which is an interface of the closing defect collective region H and the single crystal low dislocation company field Z of the circumference, and the disappearance place of a rearrangement of the core S of the inside and a storage place, It is in the place referred to as decreasing the rearrangement in the single crystal low dislocation company field Z around the closing defect collective region H, and the single crystal low dislocation complementary field Y, and obtaining the GaN crystal substrate of low dislocation (claim 46).

[0112]By forming the pit which consists of facet surfaces in the growth surface at the time of crystal growth as a actual realization method, making a pit bottom always hold and carry out crystal growth of the closing defect collective region H, and making a closing defect collective region capture a rearrangement, It is that it is made to reduce

the rearrangement of the single crystal part (the single crystal low dislocation complementary field Y, the single crystal low dislocation company field Z) of the circumference (claim 47).

[0113]These are the basic thought of this invention. It is just insufficient to generate the pit which consists of facets to a crystal surface. It is required for the closing defect collective region H to exist in the bottom following a pit. It is important for the closing defect collective region H that this is an aggregate of a defect and is space moreover thoroughly closed by the grain boundary K although it consists of an inside (it is called the core S) and the surface (it is called the grain boundary K). And since the core S bears accumulation of a rearrangement, and disappearance in addition to the grain boundary K and it, the rearrangement of other portions decreases.

[0114]"-- others -- partial" is divided into two. They are a portion which continues under a pit, and a portion out of a pit. The portion covered with a pit will be called the single crystal low dislocation company field Z here. The portion out of a pit is called the single crystal low dislocation complementary field Y. All are low dislocation and, moreover, single crystals.

[0115]There is a role of a closing defect collective region in using the single crystal low dislocation complementary field Y and the single crystal low dislocation company field Z as a low dislocation single crystal. That is because the grain boundary K and the core S absorb a rearrangement, and extinguish it, or it accumulates and it does not detach. In this invention, the closing defect collective region H is the most important. The closing defect collective region H has root importance in this invention.

[0116]Then, although a surface pit is necessity or ? to why, it has two functions. I hear that one holds the closing defect collective region H at the bottom of a pit, and it is in it. The closing defect collective region H is made succeeding the bottom of a pit. The closing defect collective region H is not made without a pit. It is the closing defect collective region, pit \*\*. Generation of a pit is indispensable at the point. However, reverse is not necessarily truth. Even if there is a pit, a thing without a closing defect collective region is also in the bottom of it. It can be called an empty pit. It is what must not be made into an empty pit.

[0117]Although prior [ of this invention person / above ] (JP,2001-102307,A) made pit generation indispensable requirements, it was an empty pit without the closing defect collective region H. Therefore, the disappearance accumulation of the rearrangement was not able to be carried out. A rearrangement was not able to be shut up although the surface state defect and line defect which make the angle of 60 degrees were made to the pars basilaris ossis occipitalis of the empty pit.



[0118]This invention forms the closing defect collective region H in the bottom of a pit. Thus, the pit which has a closing defect collective region at the pars basilaris ossis occipitalis can be called a "real pit." This invention can be made to carry out disappearance accumulation of the rearrangement by generating a real pit therefore and providing a closing defect collective region in a closing defect collective region eternally.

[0119]With epitaxial growth, I hear that the inclination for inner draws the surrounding rearrangement (a single crystal low dislocation company field and a single crystal low dislocation complementary field) in the inside, and sweeps another role of a pit to the closing defect collective region H, and it has it. A rearrangement is not concentrated to a closing defect collective region without the inclination of a pit only by being extended upwards as it is (parallel to a growth direction). If it does not concentrate, a rearrangement does not decrease. Therefore, there are a role of holding the closing defect collective region H, and a role of collecting rearrangements and introducing to a closing defect collective region in a pit.

[0120]Then, although it is the problem [ make / why / a closing defect collective region ] ?, for that purpose, a seed is distributed over a substrates face in early stages of crystal growth. When a seed is in a substrates face, a closing defect collective region and a pit are formed on it. The position of a closing defect collective region and a pit can be correctly specified by arranging a seed positively to a substrates face. In fact, the idea of new originality of this invention is in seeding of a seed. The closing defect collective region H and a pit are regularly generable geometrically by arranging a seed regularly geometrically.

[0121]Supposing the closing defect collective region cannot use it, being a set of a defect, it can use the remaining single crystal low dislocation company fields Z and the single crystal low dislocation complementary field Y. If the position of a closing defect collective region can specify beforehand strictly by seeding of a seed, it will be that the single crystal low dislocation complementary field Y and the single crystal low dislocation company field Z can specify beforehand. Such spatial controllability originates in seeding of a seed. Worth of this invention is in the spatial controllable height that a single crystal low dislocation company field and a single crystal low dislocation complementary field can be specified by the \*\*\*\*\*.

[0122]The closing defect collective region H is fundamentally important in this invention. Then, it is necessary to explain in more detail about a closing defect collective region. A closing defect collective region does not take one kind of structure. It turned out that there is a closing defect collective region of various structures, such as

polycrystal and a single crystal. A single crystal also has what has various directions. I will explain the kind of closing defect collective region below. Any closing defect collective region of structure can do the effect of rearrangement reduction so based on the basic principle of this invention.

[0123][-- 1. -- closing defect collective region H(claim 48)] of polycrystal -- the closing defect collective region H may be the scattering polycrystal GaN of a direction. In that case, only a closing defect collective region is polycrystal and the single crystal low dislocation company field Z directly under a pit accompanied to the circumference of a closing defect collective region and the single crystal low dislocation complementary field Y of the outside are single single crystals. If a closing defect collective region is polycrystal, it is a meeting of a grain boundary. The grain boundary K of a closing defect collective region periphery means the continuity of the grain boundary besides the maximum.

[0124][-- 2. -- closing defect collective region H(claim 49)] of the single crystal of a different direction -- the closing defect collective region H may be a set of one or more pieces of the single crystal GaN of a different fixed direction from the surrounding single crystal. When making it grow up to be C plane direction, the single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y are single crystals which make a field (0001) surface parallel. Although a closing defect collective region is a set of a crystal with a fixed direction, c axis, an a-axis, etc. contradict the c axis of a single crystal portion, and an a-axis.

[0125][the closing defect collective region H (claim 50) of the single crystal of the direction only whose 3. <0001> corresponds] -- only the surrounding single crystal and <0001> have the common closing defect collective region H -- in addition to this -- coming out -- it may be a set of one or more pieces of the single crystal GaN of a different fixed direction. When making it grow up to be C plane direction, the single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y are single crystals which make a field (0001) surface parallel. Although a closing defect collective region makes c axis parallel to the c axis (<0001>) of a single crystal portion, the a-axis of a single crystal portion differs [ an a-axis and a b-axis ] from a b-axis. That is, it is rotating to the circumference of c axis. If a closing defect collective region is rotated to the circumference of c axis on the contrary, it will become the same direction as a single crystal portion.

[0126][-- 4. -- closing defect collective region H(claim 51, claim 52)] of the single crystal which polarity reversed -- the c axis of the closing defect collective region H is anti-parallel to c shaft orientations of a single crystal portion. That is, in the closing

defect collective region H, only 180 degrees of the <0001> directions are reversed the surroundings of it, and it has become the single crystal which polarity has reversed. If 180 degrees of c axis of the closing defect collective region H are rotated, it can do identically to the direction of a single crystal portion. Although the GaN crystal has polarity and the surface of the field (0001) is a Ga atom side, the field (000-1) is a nitrogen atom side. Therefore, when only 180 degrees of the <0001> directions are reversed and polarity is reversed, a grain boundary exists in the boundary of the field. Even if this closing defect collective region H is a single crystal, it may be polycrystal which consists of one or more crystal grains which only 180 degrees of the <0001> directions reversed.

[0127][-- 5. -- closing defect collective region H(claim 53)] divided with the surface state defect -- the closing defect collective regions of the surrounding single crystal portion are one or more crystal grains divided with the surface state defect.

[0128][-- 6. -- closing defect collective region H(claim 54)] divided with the line defect -- the closing defect collective regions of the surrounding single crystal portion are one or more crystal grains divided by the line defect.

[0129][-- 7. -- closing defect collective region H(claim 55)] of the same direction divided with the surface state defect -- although a surrounding single crystal portion and crystal orientation have the same closing defect collective region, they are one or more crystal grains divided with the surface state defect.

[0130][-- 8. -- closing defect collective region H(claim 56)] divided with the line defect -- although a surrounding single crystal portion and crystal orientation have the same closing defect collective region, they are one or more crystal grains divided by the line defect.

[0131][-- 9. -- closing defect collective region H(claim 59)] which fine-inclined -- a closing defect collective region is almost the same to the crystal orientation of the surrounding single crystal portion -- it fine-inclines but.

[0132]The above is the diversity about the crystal orientation of a closing defect collective region. A defect is also explained following crystal orientation. Especially the inside of a closing defect collective region has many crystal defects. When a closing defect collective region is polycrystal (1), naturally there is a grain boundary. However, even when the closing defect collective region H is a single crystal, a defect increases. The bottom of the pit which consists of facet surfaces is in the inside of the closing defect collective region H. The collective part of a rearrangement group may be formed in the inside of a closing defect collective region, or a surface state defect may be formed. Therefore, it may be said that a closing defect collective region is divided with

a surface state defect with the surrounding single crystal part including a defect.

[0133][-- 10. -- closing defect collective region H(claim 57)] divided with the surface state defect including the defect -- the closing defect collective region H is divided with a surrounding single crystal portion and surface state defect including a crystal defect.

[0134][-- 11. -- closing defect collective region H(claim 58)] divided with the line defect including the defect -- the closing defect collective region H is divided with the surrounding single crystal portion and the aggregate of a line defect including a crystal defect.

[0135][-- 12. -- closing defect collective region H(claim 60)] containing a line defect and a surface state defect -- it is that the defect is a surface state defect including a crystal defect, or the closing defect collective region H is a line defect in many cases.

[0136]Various closing defect collective regions were explained above. Next, although it is a direction of crystal growth, it is usual that the directions of crystal growth are c shaft orientations (claim 61). Since the gallium nitride crystal of a hexagonal system is grown up on a different-species board, if it is made to grow up to be c shaft orientations which have symmetry 3 times, the symmetry of the crystal orientation of a different-species board and GaN can be made to agree. Therefore, it will say [ making it grow up to be c shaft orientations in many cases and ]. Since the growth of those other than c axis is also possible if the GaN itself can be used as a substrate, but it is a different-species board, c axis growth is in use.

[0137]In that case, the pit which consists of facet surfaces serves as reverse 12-sided reverse 6-sided pyramids or pyramids (claim 62). GaN is a hexagonal system and it is because it has six equivalent inclined planes in the circumference of c axis. It forms a 6 pyramid pit. Although drawing 1 illustrates the pit made in C side, the pit of reverse 6-sided pyramids has six inclined planes. An average growth direction is the upper part in c shaft orientations, i.e., a figure. However, in an inclined plane (facet surface), a field grows for inner like an arrow. An equivalent inclined plane forms 12-sided pyramids with 2 sets. That is, (hk $\bar{m}$ n), since what replaced the three indices h, k, and m in front of a field is equivalent, six equivalent fields exist.

[0138]Generally the indices of crystal plane of a facet surface can be expressed like {kk-2kn} (k and n are integers) and {k-k 0n} (claim 64). These two kinds of fields exist every 60 degrees, respectively, and 2 sets of fields make the angle of 30 degrees. Therefore, the field of a 30-degree unit can be constituted. Therefore, reverse 12-sided pyramids are made. When only one of groups is better, it becomes reverse 6-sided pyramids.

[0139]The facet surfaces which occur frequently most also in it are {11-22} side and

{1-101} side (claim 65). Reverse 6-sided pyramids are made only in either, and if both coexist, reverse 12-sided pyramids will be made. It may come also out of {11-21} side.

[0140]The thing of reverse 12-sided the reverse 6-sided pyramids of the two-step pile from which an angle of inclination differs and pyramids also has a pit which furthermore consists of facet surfaces (claim 63). This means that there are {11-22}, {11-21}, {1-101}, and a thing from which the c axis index n differs {102 [1-]} So that it may say, and there is. The shallower one of an inclination comes to a center (direction [ n is large ]). the tight field of an inclination -- a periphery -- coming (n is small) -- it connects with the single crystal low dislocation company field Z.

[0141]The relation of the facet at the time of the closing defect collective region H and crystal growth is described. It turned out that there is a fixed relation to the indices of crystal plane of the closing defect collective region H and a facet surface. The closing defect collective region H is located at the pit bottom which consists of facet surfaces. The closing defect collective region H has a field where indices of crystal plane differ from the facet surface of a pit for a while (claim 66). The indices of crystal plane of the facet surface of most which constitutes a pit like point \*\* are {11-22} and {1-101}.

[0142]However, the crowning (pit bottom) of the closing defect collective region serves as an inclination shallower than the inclined plane of a facet (claim 67). For example, a two-step inclined plane is shown in drawing 5 (b) and (3). Since it means that the index of c axis is larger, {11-24}, {11-25}, {11-26}, {1-102}, {1-104}, etc. appear, I hear that it forms an inclined plane of the pit bottom, and it has it (claim 67). With the single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y, only 180 degrees of the directions of <0001> are reversed, and the closing defect collective region H following the pit bottom which consists of facet surfaces grows considering the smaller plane direction of an angle of inclination as the surface notably, when polarity is reversed (claim 68). In this case, the smaller crystal face orientation of an angle of inclination consists of {11-2-4}, {11-2-5}, {11-2-6}, {1-10-2}, {1-10-3}, and {1-10-4} (claim 69). Since it is buried with growth and serves as a closing defect collective region, a closing defect collective region will also say suddenly the larger indices of crystal plane of such n. The boundary of the closing defect collective region at the pit bottom which consists of facet surfaces is formed in the boundary part whose angle is shallower than the facet surface which constitutes a pit (claim 70). In the closing defect collective region H, only surrounding single crystal regions and the <0001> directions reverse 180 degrees of especially this phenomenon, and when polarity is reversed, it accepts notably (claim 71). It is important knowledge that the angle of the inclined plane of a pit bottom is shallow.

[0143]The closing defect collective region H at the pit bottom which consists of facet surfaces concentrates and exists in punctiform (claim 72). It means that punctiform called it neither a line nor doughnut shape here, and it has gathered for the point at one place. For example, the black portion of the center of the concentric circle of [drawing 7](#) is the closing defect collective region H, and is concentrating on punctiform. Since it is concentrating on punctiform, even if it carries out cleavage of the GaN board in the various directions, there is an advantage that the probability that the closing defect collective region H will come out in a section is low.

[0144]Since it is hard to expose the closing defect collective region H to a cleavage plane, a cleavage plane can be used effectively. The profits that cleavage is easy are also in it. It is because cleavage will be barred if the flat surface which is going to carry out cleavage has a defect.

[0145]A diameter of 1 micrometer - 200 micrometers can be held, and the closing defect collective region H made at a pit bottom can grow up it (claim 73). Although based also on a growing condition, a rearrangement can be brought together in the closing defect collective region H of the center of a pit by the diameter of the closing defect collective region H being 1 micrometer - 200 micrometers, and making it grow up.

[0146]When the diameter of a facet-like pit is small, the smaller one of the diameter of the closing defect collective region H is also good. When the diameter of a facet-like pit is large, the larger one of the diameter of the closing defect collective region H is also good. It actually sets and the diameter of a closing defect collective region has an effect (rearrangement reduction) with 1 micrometer by the case where it is small, and even when large, in consideration of economical influence, it is thought that 200 micrometers even in diameter are suitable.

[0147]The shape (cross section) of the closing defect collective region H of the pit bottom which consists of facet surfaces is usually an infinite form (claim 74). This is for a closing defect collective region to change from a relation with crystal orientation according to facet shape, since it is unstable also in energy as the closing defect collective region H grows.

[0148]Depending on the case, the shape (cross section) of a closing defect collective region can become a round shape (claim 75). When there are many particle numbers of the polycrystal grain of the closing defect collective region H, or when the diameter of a closing defect collective region is large, the thing of a circular section is often seen.

[0149]When there are few polycrystal particle numbers of the closing defect collective region H of the pit bottom which consists of facet surfaces on the other hand, or when

the diameter of a closing defect collective region is small, the shape of the closing defect collective region H may become a square shape (claim 75).

[0150]When the average crystal growth directions are c shaft orientations, the polycrystalline region part of the pit bottom which consists of facet surfaces in the outermost surface of actual crystal growth, Following on a pit bottom, it will be formed with crystal growth, and, as a result, will exist during a crystal in the form where the polycrystalline region was extended pillar-shaped in parallel to c axis (claim 76).

[0151]In the boundary of the closing defect collective region of the bottom of the pit which consists of facet surfaces in that case, and a surrounding single crystal part (the single crystal low dislocation complementary field Y, the single crystal low dislocation company field Z), The rearrangements extended in parallel with C side toward the closing defect collective region H from the single crystal part are collected, and the mechanism which carries out disappearance accumulation of the rearrangement on the boundary K, and reduces the rearrangement of a single crystal part works (claim 77).

[0152]In the pit where the mechanism of this rearrangement concentration consists of a facet surface leaning from C side, By extending a rearrangement toward a pit center in parallel with C side with growth of a facet surface, and concentrating on a closing defect collective region, I hear that the penetration dislocation in the single crystal parts Z and Y is reduced, and it is (claim 78). For example, since a facet surface is laminated for inner like an arrow by (a) of drawing 1, and (b), a rearrangement comes to advance for inner in parallel with C side, as shown by the arrow. That is, it concentrates toward a pit center and a rearrangement is absorbed by the closing defect collective region H of the central part. Drawing 2 is a top view for the movement toward a rearrangement in a facet surface to be shown. If the rearrangement advanced for inner collides with the ridgeline 8 of six-sided pyramids, since it will convert in the direction of a ridgeline and it will progress horizontally along a ridgeline, it is concentrated on the central multiplex point D.

[0153]It is a mechanism of rearrangement reduction in which prior \*\*\*\*\* was also described. However, a closing defect collective region did not exist under the multiplex point, but it became the large surface state defect 10 like drawing 1 (b), and point \*\* of rearrangement reduction was insufficient.

[0154]Although drawing 3 shows movement of the rearrangement in point \*\*, there is no closing defect collective region in the bottom of a pit. Therefore, the rearrangement is wide opened, although it concentrates, and it may spread again. Degree of concentration is also low. In a open system, it is bad.

[0155]This invention has a closing defect collective region in a pit bottom, as shown in

drawing 4, and a rearrangement is absorbed by the closing defect collective region H. A part disappears here and a part is accumulated. The part is the core S of the grain boundary K and an inside which is a peripheral part of the closing defect collective region H. It may be the grain boundary K and they may be both K and S. Anyway, the closing defect collective region is closed by the grain boundary K, and is sealed space. Once a rearrangement goes into the closing defect collective region H theoretically, it cannot come out again. Therefore, reduction of a rearrangement in the single crystal low dislocation complementary field Y and the single crystal low dislocation company field Z is eternal. Contrast of point \*\* and this invention appears well in drawing 3 and drawing 4.

[0156]Now, it explains applying the technique of this invention how in manufacture of a actual gallium nitride substrate. Since a different-species board is used, let c shaft orientations which have symmetry 3 times be a growth direction.

[0157]The pit which consists of facet surfaces in the surface at the time of crystal growth is formed, and the bottom of the center of a pit is made to arrange this regularly, and is made to carry out crystal growth of what has the closing defect collective region H as a basic structure as a crystal growth method of a actual crystal substrate (claim 79).

[0158]It means that a pit and a closing defect collective region are arranged regularly spatially, and there is. The arrangement of a regular foundation structure object is shown in drawing 6 (b), drawing 7, and drawing 8 (a), (b). It is best to fill space everywhere with the same regular pattern. In that case, a possible pattern is decided naturally.

[0159]Thus, in order to put in order the pit which consists of facet surfaces and has a closing defect collective region in the center that it is regular and there are no dark circles, Only three kinds of patterns, symmetry (an equilateral triangle is arranged on a vertex side by side), 4 times symmetry (a square is arranged on a vertex side by side), and two-times symmetry (a rectangle is arranged on a vertex side by side), have 6 times. More patterns will become possible if the conditions of it being the same without dark circles, and arranging are removed.

[0160][1. 6 times symmetry pattern (drawing 8 (a), (b)) (claim 80)] -- although this shows drawing 8, since pits are a circularly near dodecagon and a hexagon -- the maximum -- it becomes dense arrangement. A length of one side of an equilateral triangle is called the pitch p. This is a repeating cycle of a pattern. If an adjoining pit contacts mutually, the diameter d of a pit will be almost equal to the pitch p ( $p=d$ ). (a) of drawing 8 has the direction of a pitch parallel to the direction of  $\langle 11-20 \rangle$  of a GaN crystal. (b) of drawing 8 has the direction of a pitch parallel to the direction of  $\langle 1-100 \rangle$



of a GaN crystal.

[0161] In this figure, the black dot of the center of a concentric circle is the closing defect collective region H. Although the portion of the white round head of the circumference shows the breadth of a pit, it shows the range of the single crystal low dislocation company field Z simultaneously. The field of the narrow triangle made to the crevice between adjoining concentric circles is the single crystal low dislocation complementary field Y. the maximum -- I hear that the area of the single crystal low dislocation company field Z occupied in a certain definite area becomes the maximum, and arranging densely has it. However, closing defect collective region area also becomes the maximum simultaneously. The area of the single crystal low dislocation complementary field Y becomes the minimum on the contrary. As for the field (single crystal low dislocation complementary field Y) grown-up from C side, specific resistance tends to become high. Therefore, when considering it as a conductive substrate, the symmetrical 6 times pattern in which Y becomes narrow is desirable.

[0162] [2. 4 times symmetry pattern (drawing 9 (a), (b))] (claim 81) Although this shows drawing 9, since pits are a circularly near duodecagon and a hexagon, it becomes the dense arrangement of a degree in the middle. A square length of one side is called the pitch p. This is a repeating cycle of a pattern. If an adjoining pit contacts mutually, the diameter d of a pit will be almost equal to the pitch p ( $p=d$ ). (a) of drawing 9 has the direction of a pitch parallel to  $\langle 11-20 \rangle$  of a GaN crystal, and the direction of  $\langle 1-100 \rangle$ . As for (b) of drawing 9, the direction of a pitch makes 45 degrees to  $\langle 11-20 \rangle$  of a GaN crystal, and the direction of  $\langle 1-100 \rangle$ . This direction cannot be expressed with low indices of crystal plane.

[0163] In this figure, the black dot of the center of a concentric circle is the closing defect collective region H. Although the portion of the white round head of the circumference shows the breadth of a pit, it shows the range of the single crystal low dislocation company field Z simultaneously. The field of the asteroid made to the crevice between adjoining concentric circles is the single crystal low dislocation complementary field Y. As for this, the area of the single crystal low dislocation complementary field Y becomes large rather than the precedent 1. The field (single crystal low dislocation complementary field Y) grown-up from C side is not preferred when making it into a conductive substrate, since specific resistance is high. However, in the case where the shape of a GaN device chip is a square, this is more preferred much. It is the single crystal low dislocation complementary field Y and the single crystal low dislocation company field Z which can actually be effectively used as a device chip, and since it is large regularly, device arrangement has a margin. If the pitch

of a device and the pitch of a pit are made to agree, a device can be altogether produced on the same conditions and cleavage will also become simple.

[0164][-- 3. -- two-times symmetry pattern (drawing 10 (a), (b)) (claim 82)] -- although this shows drawing 10, since pits are a circularly near dodecagon and a hexagon, it becomes the arrangement which is not dense. Foundations are rectangles. The pitch p by the side of the shorter side and the pitch q by the side of a long side must be distinguished. This means that the repeating cycle of a pattern has anisotropy, and is in it. If an adjoining pit contacts mutually, the diameter d of a pit will be almost equal to short pitch p ( $p=d$ ). (a) of drawing 10 has the direction parallel to the direction of  $\langle 11-20 \rangle$  of a GaN crystal of short pitch p. (b) of drawing 10 has the direction parallel to the direction of  $\langle 1-100 \rangle$  of a GaN crystal of short pitch p.

[0165]In this figure, the black dot of the center of a concentric circle is the closing defect collective region H. Although the portion of the white round head of the circumference shows the breadth of a pit, it shows the range of the single crystal low dislocation company field Z simultaneously. The band-like field where the width made to the crevice between adjoining concentric circles is wide is the single crystal low dislocation complementary field Y. The area of the single crystal low dislocation complementary field Y becomes large rather than two of precedents as this makes q larger than p. It is the single crystal low dislocation complementary field Y and the single crystal low dislocation company field Z which can be effectively used as a device chip, since it is large regularly, device arrangement has a margin, and since a actual device chip is a rectangle, it can be said for this pattern to be the optimal.

[0166]Although many pits which have a closing defect collective region at the pars basilaris ossis occipitalis, and become it from a facet surface in the crystal surface at the time of crystal growth are arranged regularly, it is desirable for the shortest centre distances (pitch p) between those pits to be 50 micrometers - 2000 micrometers (claim 83).

[0167]It will be hard to use if considering producing a actual device on it a pit pitch is smaller than the chip size of a device. Therefore, at least 50 micrometers is required for the pitch of the pit of a low dislocation single crystal. It is difficult to manufacture a device at less than it.

[0168]The maximum of a pit pitch is about 2000 micrometers on the contrary. The depth of a pit will also become large if a pitch becomes large too much. It grinds, and although removed, if a pit is large, since polish thickness will become large greatly [ the depth ], futility of a pit part increases. Since it becomes disadvantageous economically, the pitch of a pit shall be 2000 micrometers or less. Even if it is restriction by an

economical reason and a pitch is more than this, there are effects of enough of rearrangement reduction of this invention.

[0169][Formation method of the closing defect collective region H] The formation method of the closing defect collective region H generated at the center-section bottom of the pit which consists of facet surfaces is explained. Even a pit shows drawing 5 (a) and (b) the growth about a part. Drawing 6 shows the top view of a substrate.

[0170]In the crystal growth of this invention, the substratum substrate 21 used as a base is used. Of course, it is good also considering a gallium nitride single crystal as the substratum substrate 21. However, since a large-sized GaN single crystal substrate cannot be manufactured easily, it is realistic to use a dissimilar material as a substrate. Although a different-species board or a GaN board may be used, the kind 23 of a closing defect collective region is arranged to the part which should serve as a closing defect collective region of the substratum substrate 21. This figure is illustrating only a part for one of a pit, a kind, and a closing defect collective region, and many pits are actually formed in the surface.

[0171]The kind 23 is arranged regularly geometrically in a substrate face. A top view is as being shown in drawing 6 (a). Here, the kind 23 is arranged in the position which becomes symmetrical with 6 times on the substratum substrate 21. The substrates face has exposed the remaining portion 19 of the substratum substrate 21. The GaN crystal 22 is grown up on the substratum substrate 21 and the kind 23. Although GaN cannot grow easily on the kind 23, a ground top grows easily. The difference of the difficulty of growth is used and a pit is generated. It is a skillful method. As shown in (2) of drawing 5 (a) and (b), on a bed surface, the crystal 22 is attached thickly, and the flat face 27 (C side) can do an it top. Since a crystal is not attached easily, the kind 23 top serves as the pit 24 (crevice). The pit 24 consists of the facet surface 26 of six or 12. It is important on the kind 23 that the pit 24 is made.

[0172]the facet surface 26 which will counter if the GaN crystal 22 is furthermore grown up -- the kind 23 top -- \*\*\*\*\* -- it becomes like. If it becomes so, some GaN crystals will accumulate also on the kind 23. This portion serves as the bottom 29 of the pit 24. It moves upwards with growth in the pit 24. A crystal also deposits the bottom 29 of the pit 24 gradually. (3) of drawing 5 (a) and (b) shows such a state.

[0173]The crystal 22 of other portions of the crystal 25 which grows up to be under the bottom 29 continuously is heterogeneous. The crystal 25 of a portion which hits on the lower kind 23 of the bottom 29 is called the closing defect collective region H. The boundary line 30 of the closing defect collective region H and the other crystals 22 is the grain boundary K. An inside is called the core S to it. That is, the seed 23-closing

defect collective region H-bottom 29 is located in a line up and down. The central bottom of a pit certainly comes above the position of the kind 23, and between a seed and pit bottoms is the closing defect collective region H (claim 84).

[0174]The crystal of the portion [ directly under ] of the facet 26 hits the single crystal low dislocation company field Z. The crystal [ directly under ] of the flat face 27 hits the single crystal low dislocation complementary field Y. There are two kinds of cases about the pit bottom 29. In drawing 5 (a), the inclination of the pit bottom 29 is a field of the crystal orientation the same as the inclination of the facet 26, and same. However, in the case of drawing 5 (b), the inclination of the pit bottom 29 is what has an inclination looser than the facet 26 (claim 85). The pit bottom 29 where an inclination is shallow serves as a field which is different from the facet surface 26 for a while. That is, the indices of crystal plane n of c shaft orientations are somewhat large. As shown in (11-24), supposing the facet surface 26 is (11-22), the bottom 29 following it can be expressed.

[0175][Possibility of various kinds] The kind 23 used as the basis of a closing defect collective region may be directly attached to a substratum substrate, and after it puts a GaN layer on a substratum substrate thinly, it may be attached on it.

[0176]The kind 23 should be arranged regularly spatially. Symmetry, 4 times symmetry, and a seed pattern symmetrical with two times were already explained 6 times.

[0177]As a gestalt material of a seed, what is necessary is just the material in which GaN cannot grow easily, and there are a thin film, particles, a different-species substrates face, etc. In the case of a thin film, both an amorphous thin film and a polycrystalline thin film can be used (claim 86). If gestalten, such as a thin film, particles, and a substrates face, differ, the method of producing a seed differs also from arranging method.

[0178][Manufacturing method 1 (in the case of a thin film) of a seed] The kind of a thin film is put on the portion which should be made a closing defect collective region on a substratum substrate. It has two-dimensional shape and a thin film can be patterned after desired shape and distribution (claim 87). In order to pattern, the method of using a photolithography, the method of vapor-depositing a thin film using a metal mask, the print processes using a mask, etc. are possible. By patterning with sufficient accuracy, the accuracy of position of a closing defect collective region improves.

[0179]Shape of each kind can be made into circular, a polygon, etc. (claim 88). Polygons are a triangle, a quadrangle, a hexagon, an octagon, etc. This also influences the shape of the closing defect collective region H. It is preferred that the diameter of the amorphousness patterned after circular [ these ] and a polygon and a polycrystalline

thin film shall be 1 micrometer - 300 micrometers (claim 89). The size of the closing defect collective region H which grows on it with the size of a seed is decided generally. Since 1 micrometer - about 300 micrometers are good as a diameter of a closing defect collective region, the size of a seed is also made such. It seems that however, the closing defect collective region diameter is slightly smaller than a seed diameter.

[0180][the kind of seed material of a thin film] -- although metal or an oxide may be sufficient as the polycrystalline thin film for using a seed, and an amorphous thin film -- especially [0181]b. SiO<sub>2</sub> thin film (claim 90) (polycrystal or amorphous substance)

\*\*, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> thin film (claim 90) (polycrystal or amorphous substance)

\*\*, Pt membrane (claim 91) (polycrystal)

\*\*, W thin film (claim 92) (polycrystal)

\*\*\*\* is effective.

[0182][Manufacturing method 2 (in the case of particles) of a seed] A seed is not necessarily restricted to a thin film. It can be considered as the kind of a closing defect collective region by arranging GaN polycrystal particles regularly on a substratum substrate (claim 93). It can be considered as the kind of a closing defect collective region by arranging a GaN single crystal particle regularly on a substratum substrate (claim 94). By arranging these GaN(s) particles on a substratum substrate, the polycrystal of a different direction from a surrounding single crystal part grows on it.

[0183]Although it is GaN particles, it can think it amusing to delay growth of GaN to an it top and to form a pit, but since particles differ in a direction, they have the operation which prevents it also with the crystal growth of GaN of the same material. Therefore, in GaN, it may not restrict but the particles of what kind of material may be sufficient. However, if it is considered as GaN particles, since there will be no fear of contamination by diffusion, it is the optimal.

[0184]Unlike a thin film, particles have a three dimensions structure, but they have an effect of a pit and closing defect collective region formation like a thin film. What is necessary is just to put on up to a substratum substrate freely, since it is independent particles.

[0185][Manufacturing method 3 (in the case of a different-species substrates face) of a seed] A seed is not necessarily restricted to a thin film and particles. The substratum substrate side of a different kind itself can be used as a seed. Since a substratum substrate differs from GaN and it differs in the growth rate of GaN, it can give the driving force which generates a pit. It is the method by which this was also elaborate.

[0186]It is that which exposes periodically different-species substrates faces other than GaN from a GaN layer, and is used as a seed (claim 95). Only in it, although it is

unclear, they are such things. A GaN epilayer (GaN buffer layer) is once thinly grown up into a substratum substrate, If remove the GaN epilayer of the part which should generate the closing defect collective region H, a substratum substrate is made to expose and EPI growth of the GaN is again carried out on it, growth can be overdue on a substratum substrate, a pit can be generated, and a closing defect collective region can be made (claim 96).

[0187]In the technique used as a seed by exposing a substratum substrate, since GaN is made to grow without a GaN buffer layer, on it, a closing defect collective region is generated in many cases. Although the thin film kind of point \*\* is also generable by a photolithography, when it is a substrates face kind, it should be cautious of yin and yang becoming opposite. Sapphire, a spinel, SiC, GaAs, etc. can be used as a substratum substrate.

[0188][Manufacturing method 4 (when providing a thin film on a GaN epilayer) of a seed] A seed does not necessarily provide a thin film directly on a substratum substrate. A GaN epilayer can be grown up on a substratum substrate, the polycrystal of a dissimilar material and an amorphous thin film mask can be laminated on it, and the thin film mask which removed the mask selectively by the photolithography and remained can also be used as a seed (claim 97). That is, it becomes structure of a substratum substrate / GaN / thin film kind. Since what was described first did not have GaN and had become a substratum substrate / thin film kind, it must be distinguished. Also with this thin film kind, a pit can be grown up from here and the closing defect collective region H can be succeedingly grown up into a pit bottom.

[0189][Manufacturing method 5 (when providing a thin film on a substratum substrate) of a seed] The thin film mask which laminated the polycrystal of a dissimilar material and an amorphous thin film mask directly, removed the mask selectively by the photolithography, and remained on the substratum substrate can also be used as the kind of the closing defect collective region H (claim 98). That is, it becomes structure of a substratum substrate / thin film kind.

[0190][Operation (drawing 5) of a seed] In the substratum substrate which established the seed, GaN grows epitaxially from a substratum substrate in parts other than a seed. However, a seed has the operation which prevents GaN growth and growth of GaN is delayed. Since they will invade if the surrounding substratum substrate top epilayer grows highly, although delayed, GaN rides also on a seed. It changes variously depending on a growing condition. Thing (A) which is polycrystal also has GaN made on a seed.

[0191]A surrounding single crystal may crowd on a seed and a seed top may be used as

a single crystal. Crystal orientation differs from the surrounding single crystal also in that time (B). Polarity may be reversed although crystal orientation differs. <0001> axes may be common and may be rotating from the surrounding single crystal. Or only a few can be called single crystal in which directions differ. Since GaN made on a seed is the closing defect collective region H, the structure of the closing defect collective region H changes with conditions variously.

[0192][Concomitant use 1 (instantaneous) with an ELO mask and a closing defect collective region kind mask] ELO (Epitaxial Lateral Overgrowth), The GaN layer which attached the mask which has arranged the scuttle regularly on the substratum substrate, and was isolated to the scuttle side is grown epitaxially. When the GaN layer exceeded mask thickness, the rearrangement direction becomes sideways and a GaN layer \*\*\*\* by the bisector between contiguity windows, it is the thing a rearrangement collides and it was made to disappear, and it is the exquisite technique of the ability to reduce a rearrangement in early stages. This is written on this invention person's prior \*\*\*\*\* Japanese Patent Application No. No. 298300 [ nine to ], and Japanese Patent Application No. No. 9008 [ ten to ]. Since a layer is extended to a transverse direction over a mask, and a rearrangement is run horizontally, and it says that it is lateral and is made to grow up over a mask, it is called overgrowth.

[0193]It is a mask (shield part area > 50%) of the negative mold that shield part area is large, an ELO mask has a narrow opening area, and the scuttle of a small area is opening it with POTSUPOTSU regularly. This also arranges a scuttle on the vertex of the equilateral triangle with which it covered everywhere, and a mask pattern makes it symmetrical with 6 times in many cases. There is also a point similar to the pattern of the closing defect collective region H kind described with this point until now.

[0194]However, a point of difference exists clearly. In an ELO mask, a scuttle is small and its pitch of scuttle arrangement is also fine. The diameter of a scuttle and a pitch are several micrometers grades. It is a mask (shield part area > 50%) of a negative mold with a narrow opening area with a large shield part area.

[0195]A seed pattern is a pattern in which the larger kind (diameter; 1 micrometer - 300 micrometers) was distributed sparsely (50 micrometers - 2000 micrometers) widely. It is a mask (shield part area <50%) of a positive type with a large opening area with a narrow shield part area. Thus, shape differs from a size.

[0196]Since operations also differ, don't mix up. First of all, it is the purpose that ELO extinguishes a rearrangement and it is the purpose that the kind of the closing defect collective region H forms the closing defect collective region H positively.

[0197]A seed pattern has a large blank part (portion which a substratum substrate

exposes). An ELO mask is put on a blank part. That is, it will be said that a substratum substrate is covered with the mask of two kinds of another \*\* called a seed pattern and the ELO mask formed in the blank part. It is the very complicated and refined technique (claim 99). For example, in drawing 6 (a), although the kind 23 is arranged to symmetry 6 times on the substratum substrate 21, the large blank part 19 remains. They say that an ELO mask is put on the blank part 19. A mask material may be the same. SiO<sub>2</sub>, SiN, and a metallic mask can be used. If a mask material is the same, a mask can be formed by one vacuum evaporation, a photolithography, or printing.

[0198]An operation of such a composite mask is separate. There is an operation which carries out a rearrangement sideways in GaN growth with an ELO mask, and reduces a rearrangement in early stages. In the kind of a seed mask, a pit and the closing defect collective region H are formed. It is only additive in such an operation. However, since the closing defect collective region H absorbs and accumulates [ disappear and ] the rearrangement where the rearrangement was decreasing in early stages of growth and which decreased, low dislocation-ization in the single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y is promoted further. [0199][Concomitant use 2 (temporal) with an ELO mask and a closing defect collective region kind mask] The method of point \*\* which provides an ELO mask in the blank part 19 (drawing 6 (a)) of a seed has the advantage that mask formation and GaN growth can be performed in once. However, since an ELO mask is attached only to the blank part 19 without the kind 23, a growing condition will be different by a place. When saying that it is not preferred, it is good to carry out two steps of growth so that an ELO mask may be first attached on a substratum substrate, may carry out ELO growth, a thin low dislocation GaN layer may be made, a seed mask may be attached on it and facet growth may be carried out (claim 100). Since the thin buffer layer of GaN is grown up on a substratum substrate, an ELO mask may be attached. It is same to carry out ELO growth after that, to attach a seed mask and to carry out facet growth.

[0200]In the above-mentioned method, an ELO mask is first formed on a substratum substrate or the substratum substrate which has a GaN buffer layer. This carries out etching removal of the scuttle (circular, a square shape, stick-shape) to the vertex position of an equilateral triangle whose one side which formed the thin film (100 nm - about 200 nm) of SiN or SiO<sub>2</sub>, and put it in order everywhere is several micrometers, and forms it in it. Vapor phase epitaxy of the GaN buffer layer (80 nm - about 130 nm) is carried out at low temperature on it. A buffer layer is a layer for adjusting lattice mismatching. Vapor phase epitaxy of the GaN epitaxial layer is carried out at an elevated temperature on it. A GaN layer is low-dislocation-ized by lateral overgrowth.



[0201]The seed pattern of point \*\* is provided on it. A thin film or particles may be sufficient as this. Since pattern size is large, it is distinguishable in ELO. If GaN is grown up on a GaN epitaxial layer with a seed pattern, a pit will be formed following a seed and the closing defect collective region H will be generated by the pars basilaris oissis occipitalis of a pit. The single crystal low dislocation company field Z is made under the inclined plane of a pit. It becomes C side growth between pits, and, in the bottom of it, the single crystal low dislocation complementary field Y is generated. Since the growth for two steps of different low-dislocation-izing is used, a GaN crystal becomes low dislocation further.

[0202][Method of controlling the position of the pit which consists of facet surfaces] If a seed pattern is arranged at a substratum substrate (what provided the GaN buffer layer on the substratum substrate may be used) and facet growth of the GaN is carried out on it, a pit will occur really corresponding to [ one ] a seed top. It is the origin of this invention and it was frequently explained also to also until. What is necessary is just to compare arrangement of the seed pattern of (a) of drawing 6, and the GaN thick film of (b), and he can understand it.

[0203]This invention arranges the kind for pit generating beforehand on a substratum substrate, carries out crystal growth of the GaN from on the, and generates a pit with the priority to the place of a seed (claim 101).

[0204]The amorphousness and polycrystalline thin film kind which carried out pattern NINGU are specifically arranged on the substratum substrate discretely periodically, gallium nitride is grown up from on the, and a pit can be generated preferentially on a thin film kind (claim 102). That is because the pit which uses a seed as a bottom since the conditions of growth differ by the seed and a substratum substrate margin portion and growth in a seed portion is delayed will be formed if GaN crystal growth is carried out on the amorphous polycrystalline thin film kind which carried out pattern NINGU (claim 103).

[0205]Metal, an oxide, a nitride, etc. may be arbitrary, and may be thin films, or the things used as a seed may be particles. A seed can also be made in the combination of a substratum substrate and a GaN buffer layer. This was described in detail. Especially as an amorphous polycrystalline thin film, a SiO<sub>2</sub> film and an SiN film are effective (claim 104). Particles can also be used as a seed. On what provided the thin GaN buffer layer on the substratum substrate or the substratum substrate, particles are arranged regularly and facet growth of the GaN is carried out from on the. Since the growing conditions in other parts differ a particle top when it does so, the pit that a bottom comes on particles is formed preferentially (claim 105).

[0206]The particles of a dissimilar metal and the particles of an oxide can also be used as particles for that. GaN polycrystal particles and GaN single crystal particles can also be used (claim 106). Thus, if a seed is regularly arranged spatially on a substratum substrate and facet growth of the GaN is carried out on it, a pit bottom will come to come to a seed position. A pit position can be decided beforehand. The closing defect collective region H is located at a pit bottom, the single crystal low dislocation company field Z is under the inclined plane (facet) of a pit, and these three fields H, Y, and Z can be strictly given correctly by arrangement of a seed because the single crystal low dislocation complementary field Y is under C side growth flat part outside a pit.

[0207][Manufacture of a flat gallium nitride substrate] When growing up a gallium nitride crystal into the conventional GaAs substrate etc., unexceptional flat C side growth was performed. In C side growth, the beautiful flat face was held and the surface was growing up it. The surface was flat, although a lot of [ uniformly ] rearrangement was distributed and it was a thing of the high rearrangement. The case of ELO (Epitaxial Lateral Overgrowth) growth of point \*\* was also flatness C side growth. Then, if it is, a flat face can be used as it is.

[0208]However, prior [ of this invention person ] (JP,2001-102307,A) proposed facet growth for the first time. The growing method with which this invention also says creation of the closing defect collective region H by seeding of a seed in addition to facet growth is proposed. While the growing method also maintains a facet surface, it is made to grow up, and the surface of the made crystal is extremely rich in unevenness including many pits which consist of facet surfaces. If it remains as it is, a device cannot be made because of unevenness.

[0209]Therefore, the gallium nitride manufactured by the method of this invention must be machined, and must be ground. The gallium nitride substrate machined and ground can have a flat face, and can use it as the wafer for device fabrication. As machining, slice machining, a grinding process, wrapping processing, etc. are used. Claims 108-110 carried out the claim of them. Etching, polish, machinery grinding, etc. need to remove the substratum substrate furthermore attached to the rear face. The rear face except a substratum substrate is ground evenly similarly.

[0210]In GaN crystal growth, hold this invention and it grows up the closing defect collective region H, After machining the GaN crystal obtained by low-dislocation-izing the surrounding single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y by using as the disappearance place of a rearrangement of the core S and the grain boundary K of the closing defect collective region H, and a storage place, it grinds and is considered as the substrate which has the

flat surface (claim 108).

[0211]Or this invention forms in a growth surface the pit which consists of facet surfaces in GaN crystal growth, Hold, make the closing defect collective region H grow up it to be a pit bottom, and The disappearance place of a rearrangement of the core S and the grain boundary K of the closing defect collective region H, After machining the GaN crystal obtained by low-dislocation-izing the surrounding single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y by using as a storage place, it grinds and is considered as the substrate which has the flat surface (claim 109).

[0212]As the method of machining, even the inside of slice machining, a grinding process, and wrapping processing becomes two or more combination (claim 110). As a substratum substrate of the crystal growth of this invention, single crystals, such as GaN, sapphire, SiC, a spinel, GaAs, and Si, can be used (claim 111).

[0213]Several Oshi's gallium nitride crystal can also be obtained by growing up a GaN crystal thickly, using it as an ingot, and carrying out slice machining of the crystal concerned with the manufacturing method described above, when carrying out crystal growth of GaN (claim 112). It can grow up thickly on it by using as a seed crystal the GaN board already created by the method of this invention. under the present circumstances -- it should observe -- it is the fact that the closing defect collective region H grows on the closing defect collective region H of a seed crystal, and the single crystal low dislocation company field Z or the single crystal low dislocation complementary field Y grows on the single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y. If another expression is carried out, on the closing defect collective region H of a seed crystal, the bottom of the pit which consists of facet surfaces will be formed, The closing defect collective region H is formed there, and the slant face and the level facet surface of the pit which consists of facet surfaces are formed on the single crystal low dislocation company field Z of a seed crystal, and the single crystal low dislocation complementary field Y, and the single crystal low dislocation company field Z or the single crystal low dislocation complementary field Y grows. When GaN crystal growth is thickly carried out after all using the GaN crystal by this invention as a seed crystal in this way, an ingot almost equivalent to the above-mentioned ingot can be obtained. carrying out slice machining from these ingots -- many -- the gallium nitride crystal of several sheets can be obtained (claim 113, claim 114).

[0214][Gallium nitride substrate of this invention] The gallium nitride substrate produced by the crystal growth method of this invention and the manufacturing method

is described. Since it is the substrate after carrying out machining polish, it is flat, and the substratum substrate is also removed. The GaN board after substratum substrate removal and flattening of this invention is shown in drawing 7. This is what made the perspective view the observation images by CL (cathode ray luminescence), and showed them intelligibly, and is not a naked-eye observation image or a microscope image, either. It is only like [ if it sees with the naked eye ] transparent glass.

[0215]The pattern is regularly located in a line. It is a repeated pattern of concentric circle shape. A central black portion is the closing defect collective region H. This is a portion which follows a pit bottom and grows, and consists of the core S and the grain boundary K surrounding it. The grain boundary K, and the core S or the grain boundary K serves as disappearance of a rearrangement, and a storage place. A pit is formed following a seed. Since the seed has been regularly arranged to the substratum substrate, the closing defect collective region H itself has arranged regularly.

[0216]Since the substrate was evenly ground in this state, a pit does not exist and does not have a seed, either. The closing defect collective region H of sliding direction pars intermedia remains. The white portion concentrically surrounding the closing defect collective region H is the single crystal low dislocation company field Z. It is the portion grown-up as an inclined wall of a pit. That is, in the past, it is the portion which was an inclined wall of the pit. Since the pit is removed by machinery grinding etc., it does not exist, but the portion which hits the history is the single crystal low dislocation company field Z.

[0217]Although the single crystal low dislocation company field Z is a round form (12 angles, hexagon head) and it is the almost same size, the single crystal part between the portions which adjoined is the single crystal low dislocation complementary field Y. The single crystal low dislocation complementary field Y is the low dislocation of the single crystal low dislocation company field Z, is a single crystal, and uses C side as the surface. However, in CL images, there is a clear difference, and it becomes a difference of brightness and appears. [0218]The gallium nitride substrate of this invention has the closing defect collective region H in part in a substrate face, and has a low dislocation field (Y, Z) of a single crystal to the circumference (claim 1).

[0219]It is one unit of only ground tissue objects that consist of  $H+Y+Z$ . If it cuts to a wafer by one unit, it will become such, and it becomes such also when saying that the pit diameter was large and formed only one pit in the whole substrate.

[0220]Or the gallium nitride substrate of this invention makes one unit the ground tissue object ( $H+Y+Z$ ) which has the closing defect collective region H in part in a substrate face, and has a low dislocation field (Y, Z) of a single crystal to the circumference, and

consists of two or more ground tissue objects (claim 2). The above is the foundations of the single crystal gallium nitride substrate of this invention.

[0221][Kind of closing defect collective region H] Although stated frequently until now, there is diversity in the closing defect collective region H. Since it is polycrystal, it may be a single crystal. A surrounding single crystal (Y, Z) and crystal orientation differ also in a single crystal. It is difficult although it differs. There is a single crystal which made  $\langle 0001 \rangle$  axes the circumference single crystal in common, and rotated to the circumference of the axis.  $\langle 0001 \rangle$  axes may be reversed. Furthermore, crystal orientation may be slightly shifted from the surrounding single crystal.

[0222]A. In the case of polycrystal (claim 3), the closing defect collective region H is polycrystal, and the surrounding portion (Z, Y) is a single crystal of low dislocation. In that case, since a direction is different, the grain boundary K exists clearly between surrounding portions.

[0223]B. In the case of the single crystal in which the surrounding single crystal part differs from crystal orientation, the closing defect collective region H is a single crystal, but it may consist of one or more crystal grains with which a surrounding single crystal part and crystal orientation are different (claim 4).

[0224]The closing defect collective region H may consist of one or more crystal grains of crystal orientation in which the 3 remaining shaft orientations differ from the surrounding single crystal part although only  $\langle 0001 \rangle$  axes agree (claim 5).

[0225]The crystal orientation of the closing defect collective region H is effective when the crystal orientation of  $\langle 0001 \rangle$  shaft orientations consists of single crystal regions which polarity reversed unlike the surrounding single crystal part 180 degrees. Except a single crystal may be sufficient as the closing defect collective region H in that case, and it may be a crystal grain more than the piece from which 180 degrees of crystal orientation of  $\langle 0001 \rangle$  shaft orientations differed.

[0226]In that case, Ga (0001) side and N (000-1) side are reverse both at home and abroad bordering on the grain boundary K. Since GaN does not have inversion symmetry, [0001] and [000-1] side are different.

[0227]The closing defect collective region H may serve as the surrounding single crystal part from one or more crystal grains with the crystal orientation which fine-inclined (claim 14).

[0228]The closing defect collective region H may be divided with the surface state defect with the surrounding single crystal part (claim 8).

[0229]The closing defect collective region H may be divided with the line defect aggregate with the surrounding single crystal part (claim 9).

[0230]C. When a surrounding single crystal part and crystal orientation are the same, the closing defect collective region H is a single crystal with same surrounding single crystal part and crystal orientation, but the surrounding single crystal part may be divided with the surface state defect (claim 10).

[0231]Although the closing defect collective region H is a single crystal with same surrounding single crystal part and crystal orientation, the surrounding single crystal part may be divided with the line defect aggregate (claim 11).

[0232][Internal structure of the closing defect collective region H] Especially the inside of the closing defect collective region H has many crystal defects. A set of a rearrangement group and a surface state defect may be formed. Since the grain boundary K which is a boundary is an aggregate of a surface state defect and a line defect, the internal core S may be an aggregate of a surface state defect and a line defect.

[0233]The closing defect collective region H of this invention is divided with a surface state defect in the boundary part with the surrounding single crystal regions (Z, Y), and the inside serves as a crystalline region including a crystal defect (claim 12).

[0234]Or the closing defect collective region H of this invention is divided with the aggregate of a line defect in the boundary part with the surrounding single crystal regions (Z, Y), and the inside serves as a crystalline region including a crystal defect (claim 13).

[0235]The crystal defect included in the core S of the closing defect collective region H of this invention is a line defect or a surface state defect in many cases (claim 15).

[0236][Shape of the closing defect collective region H] The diameters of the closing defect collective region H are 1 micrometer - 200 micrometers (claim 16). It is easily controllable by the diameter of a seed.

[0237]In the substrate face, the closing defect collective region H may exist in dot form. The diameter is 5 micrometers - 70 micrometers (claim 115), and 20 micrometers - 70 micrometers are preferred in practice (claim 17). Dot form is the language expressing only being isolated and being dotted, and it does not limit shape. About the shape [0238]In a substrate face, there is what the closing defect collective region H is also an infinite form (claim 18).

[0239]In a substrate face, a circular thing (claim 19) also has the closing defect collective region H.

[0240]In a substrate face, there is what the closing defect collective region H is also a square shape (claim 20).

[0241]The shape of the closing defect collective region H changes according to the shape of a seed, crystal growth conditions, a control state, etc.

[0242][Distribution of dislocation density] Dislocation density was evaluated in the gallium nitride substrate of this invention. In the single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y, average penetration dislocation density was below  $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$  (claim 21).

[0243]When it sees still more finely, in a less than 30-micrometer nearby (single crystal low dislocation company field Z) field, there is a thing of the closing defect collective region H for which the field of a little high  $1 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$  of penetration dislocation density -  $3 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$  is observed very much (claim 22). However, if it will separate from now on, the field below the  $10^5 \text{ cm}^{-2}$  stand grade that dislocation density is very low will be seen. The field of  $5 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$  was also seen in the low place.

[0244]The tendency to reduce average dislocation density as it is isolated from the closing defect collective region H is seen (claim 24). Eye \*\* is because generating in which the rearrangement from H comes loose is seen rather than the rearrangement of the closing defect collective region H closes this and it is perfect.

[0245]A transmission electron microscope (TEM), cathode ray luminescence (CL), etch pit density (EPD) measurement, etc. can estimate these dislocation densities.

[0246][Direction of a substrate] The effect of the rearrangement reduction by this invention is remarkable especially when the growth directions of gallium nitride are the  $\langle 0001 \rangle$  directions. That is, an average growth surface is a field (0001), and when it starts so that C side may be used as the surface, a surface dislocation density reduction appears notably (claim 24). In that case, the surface of a final gallium nitride substrate is a C side (0001).

[0247][Extending direction of a rearrangement] The single crystal gallium nitride substrate of this invention is grown up forming in the surface many pits which consist of facet surfaces, and maintaining, when average growth directions are c shaft orientations. The closing defect collective region H is followed on a pit bottom. A facet surface grows in the direction which intersects perpendicularly with a field, and since a rearrangement moves in parallel with C side toward a pit center, it is concentrated to a center. The pit which consists of facet surfaces has a rearrangement centripetal action (Centripetal Function). A rearrangement is centralized on the central closing defect collective region H according to the mechanism. Therefore, in the surrounding single crystal low dislocation company field Z, a great portion of rearrangement carries out centripetal distribution (Centripetal Distribution) which goes to the closing defect collective region H by C side parallel (claim 28).

[0248][Extending direction of the closing defect collective region H] When the growth directions where the single crystal gallium nitride substrate of this invention is average

are c shaft orientations, inside a crystal, the closing defect collective region H is extended to c shaft orientations for a long time, and exists in them (claim 29). That is, the closing defect collective region H is crossing substrate thickness. At the time of growth, that is because the closing defect collective region H is extended in parallel with a growth direction. Therefore, when the surface of a flat GaN board is a field (0001) (C side), the closing defect collective region H is extended at right angles to a substrate face (claim 30).

[0249] Since the crystal growth of this invention is grown up forming and maintaining on the surface many pits which consist of facet surfaces, it is irregular. Therefore, it is necessary to process it into the substrate which carries out machinery grinding, grinds and has a flat smooth side. When average growth directions are c shaft orientations then, the made plane substrate is a gallium nitride substrate which uses a field (0001) as the surface (claim 31). When the closing defect collective region H consists of polycrystals, of course, only the portion serves as polycrystal. When 180 degrees of closing defect collective regions H are reversed to surrounding single crystal regions and c shaft orientations, only the portion becomes a field (000-1), i.e., Ga side, (claim 25, claim 26). In that case, in the stage which carried out the completion of polish, a level difference arises in the closing defect collective region H, and it becomes low a little (claim 27). Polish is carried out and this is considered to be because an easy difference.

[0250] [Pattern of the closing defect collective region H] Although stated frequently, the pattern of periodic regular distribution of the closing defect collective region H is explained here repeatedly.

[0251] The GaN crystal of this invention makes one unit the ground tissue object which consists of the closing defect collective region H which is extended at right angles to the surface and contains many defects, the single crystal low dislocation company field Z which surrounds this concentrically, and the single crystal low dislocation complementary field Y which is the ullage space on the outside. Although one unit may be sufficient, it is the GaN board (claim 32) of this invention which arranged much these regularly.

[0252] There are four patterns arranged regularly in two dimensions. a. It is 6 times symmetry (drawing 8), I . 4 times symmetry (drawing 9), U . 2 times symmetry (drawing 10), and four [ symmetrical with E .3 time ]. Although A - U were explained until now repeatedly, since there may also be E, I will describe all the possible arrangement here.

[0253] [A. 6 times symmetrical pattern (drawing 8, claims 33, 34, and 35)] It arranges so that the ground tissue object which consists of the closing defect collective region H and



the single crystal low dislocation company fields Z and Y of the circumference may be made into one unit and the closing defect collective region H may come 6 times to symmetry, i.e., the vertex of an equilateral triangle with which it covered everywhere. This is the maximum dense arrangement (claim 33). Although a pit is not a circle strictly in a dodecagon, it is described by the following explanation that it is a circle simply. An adjoining pit is explained circumscribing.

[0254]The direction of the neighborhood of an equilateral triangle, i.e., the direction of the shortest pitch p, can turn into the  $\langle 1-100 \rangle$  direction (claim 34; drawing 8 (b)). A pitch is  $p=d$  when a pit diameter is set to d. When cleavage is carried out, the interval h of the closing defect collective region H can be made large. Although the cleavage plane of GaN is an M side  $\{1-100\}$ , when it is made into a direction, it is  $\langle 11-20 \rangle$ . When it cuts in the  $\langle 11-20 \rangle$  direction and the diameter of a pit is set to d, I hear that the interval of the closing defect collective region H is set to  $h=3^{1/2}d$ , and there is. Repeat pitch q of the direction which intersects perpendicularly with cleavage is narrow. It is  $q=d$ .

[0255]The direction of the neighborhood of an equilateral triangle, i.e., the direction of the shortest pitch p, can turn into the  $\langle 11-20 \rangle$  direction (claim 35; drawing 8 (a)). A pitch is  $p=d$ . The interval h of the closing defect collective region H at the time of cleavage (it cut in the  $\langle 11-20 \rangle$  direction) is narrow. The interval of the closing defect collective region H serves as  $h=d$ . However, the direction which intersects perpendicularly with a cleavage plane \*\*\*\*\*, and the pitch q can be enlarged. They are  $q=3^{1/2}d$ .

[0256]The cross-section area of H, Z, and Y is measured. The ratio of the single crystal low dislocation company field Z to the single crystal low dislocation complementary field Y will be decided if a pattern is decided. However, then, the ratio of concentric Z and H is not decided. the ratio of the radius of Z and H -- xi -- carrying out ( $xi > 1$ ) [0257] $Z: H=xi^2-1:1Y:(H+Z)=2x3^{1/2}-pi:pi=1:10$  [0258]It comes out. The single crystal low dislocation complementary field Y is a pattern which becomes the narrowest. The single crystal low dislocation complementary field Y is the portion which carried out C side growth, and its conductivity is low. Since the ratio of the single crystal low dislocation complementary field Y is low, the use as a conductive substrate has been turned to.

[0259][I. 4 times symmetrical pattern (drawing 9, claims 36, 37, and 38)] The closing defect collective region H and the single crystal low dislocation company field Z of the circumference. It arranges so that the closing defect collective region H may come to the square vertex which it was considered as one unit, was got blocked in symmetry 4

times, and was everywhere covered with the ground tissue object which consists of Y (claim 36).

[0260]The direction of the square neighborhood can turn into the <1-100> direction (claim 37; drawing 9 (a)). A pitch is  $p=d$  when a pit diameter is set to  $d$ . The interval  $h$  of the closing defect collective region H when cleavage is carried out (when it cuts in the <11-20> direction) is narrow ( $h=d$ ). Repeat pitch  $q$  of the direction which intersects perpendicularly with cleavage is also narrow ( $q=d$ ).

[0261]The direction of a square diagonal line can turn into the <1-100> direction (claim 38; drawing 9 (b)). A pitch is  $p=d$  when a pit diameter is set to  $d$ . The interval  $h$  of the closing defect collective region H when cleavage is carried out (when it cuts in the <11-20> direction) is large ( $h=2^{1/2}d$ ). Repeat pitch  $q$  of the direction which intersects perpendicularly with cleavage is also large ( $q=2^{1/2}d$ ).

[0262]The cross-section area of H, Z, and Y is measured.

[0263] $Z: H = \pi^2 - 1: 1Y: (H+Z) = 4 - \pi: \pi = 1: 3.66$  [0264]Come out and it is ( $\pi$  is a ratio of the radius of Z and H). The single crystal low dislocation complementary field Y becomes larger. It becomes a suitable thing for the interval of the closing defect collective region H to also spread, and produce the device of a square chip.

[0265][U. Two-times symmetrical pattern (drawing 10, claims 39, 40, and 41)] The closing defect collective region H and the single crystal low dislocation company field Z of the circumference. It arranges so that the closing defect collective region H may come to the rectangular vertex which it was considered as one unit, was got blocked in two-times symmetry, and was everywhere covered with the ground tissue object which consists of Y (claim 39). The ratio of a rectangular long side to a shorter side is set to  $\zeta$  ( $\zeta > 1$ ).

[0266]The direction of a rectangular shorter side can turn into the <11-20> direction (claim 41; drawing 10 (a)). When a pit diameter is set to  $d$ , the pitch of a short side direction is  $p=d$  and the pitch of a long side direction is  $\zeta d$ . The interval  $h$  of the closing defect collective region H when cleavage is carried out (when it cuts in the <11-20> direction) is narrow ( $h=d$ ). Repeat pitch  $q$  of the direction which intersects perpendicularly with cleavage is large ( $q=\zeta d$ ).

[0267]The direction of a rectangular shorter side can turn into the <1-100> direction (claim 40; drawing 10 (b)). When a pit diameter is set to  $d$ , the pitch of a short side direction is  $p=d$  and the pitch of a long side direction is  $\zeta d$ . The interval  $h$  of the closing defect collective region H when cleavage is carried out (when it cuts in the <11-20> direction) is large ( $h=\zeta d$ ). Repeat pitch  $q$  of the direction which intersects perpendicularly with cleavage is narrow ( $q=d$ ). The cross-section area of H, Z, and Y is

measured.

[0268]Z:  $H = \xi^2 \cdot 1:1Y:(H+Z) = 4 \cdot \pi: \pi = 1+4.66(\xi-1):3.66$  [0269]Come out and it is ( $\xi$  is a ratio of the radius of Z and H). The single crystal low dislocation complementary field Y becomes further more large. It becomes a suitable thing for the interval of the closing defect collective region H to also spread, and produce the device of a square chip and a rectangle chip.

[0270][E. 3 times symmetrical pattern] It arranges so that the closing defect collective region H may come to the right hexagon vertex which it was considered as one unit, was got blocked in symmetry 3 times, and was everywhere covered with the ground tissue object which consists of the closing defect collective region H and the single crystal low dislocation company fields Z and Y of the circumference. This is what removed the ground tissue object alternately in the structure of drawing 8, and is sparse arrangement.

[0271]The direction of the right hexagon neighborhood, i.e., the direction of the shortest pitch p, can turn into the  $\langle 1-100 \rangle$  direction. The direction of the right hexagon neighborhood, i.e., the direction of the shortest pitch p, can turn into the  $\langle 11-20 \rangle$  direction.

[0272]The cross-section area of H, Z, and Y is measured. The ratio of the single crystal low dislocation company field Z to the single crystal low dislocation complementary field Y will be decided if a pattern is decided. However, then, the ratio of concentric Z and H is not decided, the ratio of the radius of Z and H --  $\xi$  -- carrying out ( $\xi > 1$ )

[0273]Z:  $H = \xi^2 \cdot 1:1Y:(H+Z) = 3 \times 3^{1/2} \cdot \pi: \pi = 1:1.5$  [0274]It comes out. The single crystal low dislocation complementary field Y is a pattern which becomes large. They are about 6 times of a thing symmetrical with 6 times. Since the single crystal low dislocation complementary field Y is a single crystal in low dislocation, if this [ its ] is large, it can carry out device manufacturing with a margin.

[0275][Interval of the closing defect collective region H] In the gallium nitride substrate of this invention, the center-to-center dimensions of the closing defect collective region H are 50 micrometers - 2000 micrometers (claim 42). This comes from the restrictions on pit formation.

[0276][The closing defect collective region H penetrates a substrate]. In the gallium nitride substrate of this invention, the closing defect collective region H is extended for a long time to c shaft orientations. The closing defect collective region H penetrates a substrate, and exists (claim 43).

[0277]In the case of the crystal growth of c shaft orientations, the closing defect collective region H is extended to c shaft orientations. In the case of the substrate which

uses C side as the surface, the closing defect collective region H penetrates a substrate to a thickness direction (claim 44).

[0278]A semiconductor laser device is producible using the single crystal gallium nitride substrate explained above. It is very low dislocation, and since it is a conductive substrate, long lasting highly efficient laser is made.

[0279]About the growing method of gallium nitride, as already explained, there are HVPE, the MOCVD method, an MBE technique, a MOC method, and the sublimating method. Even if the method of this invention uses which manufacturing method, it can be enforced.

[0280]

[Example][Example 1 (a sapphire substrate, [drawing 11](#))] How (example 1) to manufacture the GaN board of this invention is described. The manufacturing process was shown in [drawing 11](#). The sapphire C side board 51 was used as a substratum substrate. [Drawing 11](#) (1) is illustrating the sapphire substrate 51. Sapphire is a trigonal system (Trigonal symmetry) and GaN belongs to a hexagonal system. In LED and LD which have already been put in practical use, the sapphire C side board is used chiefly.

[0281]The GaN epilayer 52 about 2 micrometers thick was beforehand established in the sapphire substrate 51 by the MOCVD method (organic metal CVD method). Therefore, the surface turns into C side of GaN.

[0282]On the upper surface of the GaN epilayer 52, the 100-nm-thick SiO<sub>2</sub> film was formed uniformly. This is for setting up the kind 53 on the GaN epilayer 52 regularly. The desired seed pattern 53 was formed by the photolithography. A seed pattern may be called a mask. The seed pattern 53 is a pattern which left many circular parts 53 and from which the other portion was removed so that it might cover with the equilateral triangle of the same size everywhere so that the direction of one side may be set to <11-20> (the direction of a), and it might be located at the vertex of the equilateral triangle. A circular part serves as the kind 53. Arrangement of an equilateral triangle turns into arrangement symmetrical with 6 times as shown in [drawing 8](#) and [drawing 9](#). It responds to GaN on C side being symmetrical with 6 times. The state is shown in [drawing 11](#) (3).

[0283]It was referred to as the diameter of a circular portion, and the following four kinds of patterns A, B, and C to which the circular pitch was changed and D although the seed pattern was symmetrical with 6 times. The diameter of the circular part of each seed pattern and the pitch (equilateral triangle side length) of a circular part are as follows.

[0284]Pattern A Diameter of a circular part 50 micrometers; equilateral triangle side

length 400micrometer pattern B the diameter of a circular part of 200 micrometers; equilateral triangle side length 400micrometer pattern C Diameter of a circular part 2 micrometers; equilateral triangle side length 20micrometer pattern D 2000 micrometers of; with a diameter of circular part of 300 micrometers equilateral triangle side length [0285]A sample with each seed pattern A, B, and C and D will be called the sample A, B, and C and D.

[0286](1) The GaN crystal was grown up on the sample A with the growth kind pattern A of the sample A and the sample B, and the sample B with the seed pattern B. The HVPE method was used as a grown method. The susceptor which a longwise reactor has the barrier boat which accommodated Ga metal in the internal upper part, and placed the substrate upward below is provided. A substrate is installed on a susceptor. Here, the sample A and the sample B are put on a susceptor, and GaN growth is carried out on the same conditions.

[0287]The latest of the substrate which supplied hydrogen gas ( $H_2$ ) and hydrogen chloride (HCl) gas to Ga boat from the upper part of the reactor, and put ammonia gas ( $NH_3$ ) and hydrogen gas on the susceptor can be supplied now. Hydrogen gas is carrier gas.

[0288]In Example 1, Ga boat heated the reactor at not less than 800 \*\* as ordinary pressure. The sapphire substrate was heated at 1050 \*\*. GaCl is compounded by Ga and HCl. GaCl descends, and it results near a substrate and reacts to ammonia gas. GaN which is a resultant accumulates on the GaN epitaxial layer 52 or the kind 53.

[0289]The growing condition of an epilayer is as follows.

Growing temperature 1050 \*\* $NH_3$  partial pressure 0.3atm (30kPa)

HCl partial pressure 0.02atm (2kPa)

Growth time 10 hours[0290]The sample A which had a GaN epilayer of 1200-micrometer thickness on the pattern A and the pattern B, and the sample B were obtained as a result of this growth. Drawing 11 (4) shows the state.

[0291][Observation (SEM, TEM, CL) of the sample A] It observed about the sample A first. The sample A has a pit which consists of the facet surface 56 of reverse 12-sided pyramids on the whole surface. The pit which consists of the facet surface 56 was understood that it has arranged regularly on a substrate by microscope observation.

[0292]The regularity of the arrangement of a pit was in agreement with the first mask (seed pattern). And the position of the center 59 of the pit which consists of the facet surface 56 had agreed with the position of the circular part (seed) first given on the GaN layer correctly. I hear that right above the kind 53 is based on the pits 59, and there is it. The pit center 59 comes to be located in a line with the vertex of a pattern covered with

the equilateral triangle. One side of the equilateral triangle was 400 micrometers.

[0293]The diameter of the pit which appears in the surface of the sample A was about 400 micrometers. It is equal to the pitch (a length of one side of an equilateral triangle) of the arrangement of a circular part. On the seed pattern 53 ( $\text{SiO}_2$ ), I hear that the pit grew up to be conical shape, and saying has it. It also turns out that the pit grown-up from the kind which furthermore adjoined touches mutually.

[0294]I hear that the pit which consists of the facet surface 56 centering on the kind (circular part) 53 established so that it might overlap with the vertex of the repetition equilateral triangle with which it covered everywhere grew, and it is. In drawing 11 (4), it grinds on the kind 53 and a bowl-like pit exists. It grinds and the bottom 59 of the bowl-like pit serves as the closing defect collective region 55 of point \*\* (H) (the boundary line 60 around the closing defect collective region 55 serves as the grain boundary). The flat part 57 exists in the joint of an adjoining pit. The joint flat part (C side) 57 is a cross-joint type portion excluding the circular pit from the substrates face.

[0295]It is beforehand described about the relation between the inside of a crystal, and a pit that a conclusion speeds up an understanding. There are a portion grown-up on the kind 53 and a portion which is not so in the inside of a crystal. The portions grown-up on the kind 53 are the closing defect collective region 55 and the pit bottom 59. This is a portion in which growth is most. Therefore, the bottom 59 of a pit serves as the closing defect collective region 55, and if growth continues, the upper and lower sides will all serve as a closing defect collective region. Since the kind 53 ( $\text{SiO}_2$ ) is not GaN, growth becomes slow, therefore this becomes the bottom 59 of a pit. Since growth advances collecting defects, defects gather into the slowest-growing seed right above portion, and a pit serves as the closing defect collective region 55. That is, the surface pit bottom 59, the closing defect collective region 55, and the kind 53 carry out correspondence of the couple 1 to a crystal up and down.

[0296]The portion grown-up directly under the inclined plane of a pit furthermore corresponds to the single crystal low dislocation company field 54 (Z). The portion Z is a single crystal. A sliding direction has correspondence of the circumference [seed]-single crystal low dislocation company field Z54-pit inclined wall 56. The flat part 57 remains in the joint of a pit and a pit slightly. It becomes the single crystal low dislocation complementary field 58 directly under the flat part 57. The portion is also a single crystal. There is a correspondence relation which is said to a sliding direction as the seed crevice-single crystal low dislocation complementary field 58-flat part 57.

[0297]According to microscope mirror observation, the flat part 57 of the portion of the crevice between the pits of a dodecagon had become a field (0001) of mirror finished

surface form altogether. The inclined plane (facet surface) inside a pit had become a set of {11-22} side and the {1-101} side. It turned out that the facet surface 59 where an angle is slightly shallow furthermore exists in the bottom of a pit. Cleavage of the sample A was carried out in the {1-100} cleavage plane. The section of the pit which appears in a cleavage plane was observed. A scanning electron microscope (SEM) and cathode ray luminescence (CL) performed section observation.

[0298]It turned out that other portions extended to C shaft orientations (growth direction) with a certain amount of width and a distinguishable portion are under the pit bottom 59 as a result of this observation (portion behind named a closing defect collective region). A diameter is about 40 micrometers and the portion (closing defect collective region H) extended to the growth direction in which the distinction is possible became dark contrast by CL compared with other fields. This portion has been clearly distinguished from other portions. By carrying out cleavage in still more various portions showed that C shaft-orientations extension in which this distinction is possible existed pillar-shaped in three dimensions.

[0299]CL (cathode ray luminescence) and TEM (transmission electron microscope) analyzed more the pillar-shaped portion which furthermore follows the pit bottom 59 in details. It turned out that the situation of a rearrangement is remarkably different from other portions as a result. That is, as for the portion (closing defect collective region) surrounded by the dark linear boundary line 60, much rearrangements existed. It was  $10^8 - 10^9 \text{ cm}^{-2}$  thing quantity dislocation density in dislocation density. It turned out that the still darker linear boundary line 60 (it turns out that it is the grain boundary K behind) is an aggregate of a rearrangement.

[0300]It also turned out that the portion 55 surrounded by the boundary line 60 (grain boundary K) is a set of a crystal defect (this corresponds to the core S). A crystal defect is in this field 55 with a three-dimensional structure extended in the crystal growth direction also as a large number, and it is surrounded by the clear boundary line 60. Then, the portion 55 is called the core S. It decided to call collectively the core S containing a defect and the boundary line (grain boundary K) which is the defective aggregates surrounding it the closing defect collective region H ( $H=K+S$ ). A closing defect collective region has defect density much higher than other portions, and the character of a crystal is also different. Then, it is important to distinguish this from others.

[0301]Since a closing defect collective region is made on the kind 53 of drawing 11 (3), it can control the position of a closing defect collective region positively. The view is given to this invention for the use with this large controllability.

[0302]I will change eyes to the outside of the closing defect collective region H. In the field of the outside of a dark boundary line (grain boundary K), dislocation density is very low. That is, dislocation density shows remarkable asymmetry bordering on a boundary line. The outside of a boundary line has low dislocation density, and the portion of the dislocation density of the degree of middle of  $10^{-6}$  -  $10^{-7}\text{cm}^{-2}$  exists near the pole of a boundary line. However, dislocation density decreases as it separates from a boundary line. If about 100 micrometers is separated from a boundary line, dislocation density will fall also to  $10^{-4}$  -  $10^{-5}\text{cm}^{-2}$ . Depending on a place, dislocation density also has a portion which are  $10^{-4}$  -  $10^{-5}\text{cm}^{-2}$  also near the boundary line. In the exterior of a boundary line, dislocation density falls as it separates from the center 59 of a pit in this way.

[0303]Although there are few rearrangements of the portion, the extending direction has most parallel to C side. It is parallel to C side and, moreover, it tends to be extended in the direction of a central closing defect collective region. And although the dislocation density of the closing defect collective region exterior is quite high at first, it turns out that dislocation density becomes low with growth. That is, when the early stages of lamination are compared with a telophase in the boundary layer exterior, it turns out that dislocation density is decreasing gradually. And it turned out that the boundary layer exterior is a single crystal.

[0304]That is, those facts have suggested such things. With growth, the defect of the outside of a boundary line is swept to a center section (closing defect collective region), is brought near by the facet surface, and is accumulated in a boundary line. Therefore, the dislocation density in the exterior decreases and the dislocation density in a boundary line is high. A defect goes into the internal core S further from a boundary line. The rate of an abundance ratio in the borderline section and the core S of these dislocation defects, etc. do not understand details yet.

[0305]Since it is complicated even if it calls it the exterior of a boundary line, I would like to take the character and to call it a single crystal low dislocation field. However, even if it calls it the boundary layer exterior, there are two distinguishable fields. That is, the portion 54 which the inclined wall 56 of the pit passed, and the portion 58 which the flat part 57 of the crevice between pits passed are different. The amount of [ 54 ] pit inclined wall 56 direct lower part is low dislocation by having grown up according to the facet. Therefore, it will be called "the single crystal low dislocation company field Z" here. Since it accompanies to a facet, it is called a company field. Since this portion is a portion accompanied to a closing defect collective region, it is a portion which increases when a closing defect collective region exists with high density (a seed is with



high density).

[0306]The portion [ directly under ] 58 of the flat portion 57 (mirror plane portion parallel to C side) is low dislocation most, and is a field of a beautiful crystalline substance. Although this is not the portion which the facet surface passed, it is the portion low-dislocation-ized under the influence of a facet surface. Since a facet carries out a round shape and a dodecagon and it is extended upwards, an excessive portion surely remains. A wrap can do a flat surface everywhere with an equivalent equilateral triangle, and a flat surface can also be covered with an equivalent right hexagon.

[0307]However, depending on a right dodecagon or a round shape, a flat surface cannot be everywhere called wrap. A part will remain inevitably. Even if it covers so that the round shape of an identical size may be adjoined, the portion of a cross-joint form remains. Although such a portion was set to 58 under the flat part 57, it turned out that it is low dislocation too and a single crystal. Since it is in the outside of a facet, it will be called "the single crystal low dislocation complementary field Y" here. "A little more than" is the remaining portion of a facet. As for this portion, area decreases as a closing defect collective region exists with high density. The single crystal low dislocation company field Z like the point is differed from at the point. However, the point that a crystal is low dislocation and a single crystal is common.

[0308]That is, the surface T of all the GaN(s) is the sum total of the closing defect collective region H, the single crystal low dislocation company field Z, and the single crystal low dislocation complementary field Y.

A closing defect collective region is the sum of the core S and the grain boundary K.

[0309] $T=H+Z+Y$ ,  $H=S+K$  [0310]In this way, the term was defined and the crystal was distinguished. The structure of the GaN crystal of this invention became clearer by this.

[0311]Furthermore, the relation of the facet surface 56 in this closing defect collective region H and a pit was considered in detail. {11-22} side and the {1-101} side have become in use [ the facet surface which forms this pit ], and the facet surface 59 where an angle is slightly shallow exists in the bottom 59 of a pit to these facet surfaces 56. Also in advance, this is described. Some shallow facet surfaces 59 are ?.

[0312]Investigation showed that the portion in which crystal growth was made by the shallower portion hits the closing defect collective region H. Grain boundary K (60) which is a boundary of the closing defect collective region H follows the boundary of the facet surface 59 where an angle is shallow, and the facet surface 56 where an angle is deep. It clarified that the facet surface where an angle is shallow forms the closing defect collective region H in the case of the sample A.

[0313]The facet surface 59 where an angle is still shallower is formed from the both sides of the pit bottom. In the periphery, the facet with a shallow angle is extended to c shaft orientations, and has become the grain boundary K. The facet surface where an angle is shallow is extended to c shaft orientations, and becomes the core S in the central part. Both are combined and it becomes the closing defect collective region H. The portion of dislocation density of the core S is high. The rearrangement collected in the center of a pit is accumulated in the core S of the closing defect collective region H by a facet surface {11-22} side and {1-101} side. A periphery serves as the single crystal low dislocation company field Z of low dislocation, and the single crystal low dislocation complementary field Y by it.

[0314]By making it grow up, while this invention always holds a facet, the closing defect collective region H accompanied the bottom of the facet, and it has become clear to complete a defect as the grain boundary K moreover. The part may be accumulated on the core S. It turns out that it is made such and the growing method of this invention is reducing the rearrangement of the portion around a closing defect collective region according to the facet surface.

[0315][Observation (SEM, TEM, CL) of the sample B] It observed by SEM, TEM, and CL also about the sample B. The result is the similar thing. However, with the sample B, the size of the closing defect collective region H was as large as 180 micrometers. In the sample A, since the closing defect collective region diameter was 40 micrometers, 4 or more times and area increase [ it ] 20 times for a diameter. Sectional shape is an infinite form and that of the shape of the closing defect collective region H is pillar-shaped in three dimensions.

[0316]Furthermore, the closing defect collective region H of the sample B was investigated in detail. In the closing defect collective region H, it turned out that it fine-inclines to the surrounding single crystal regions Z and Y. In the inside of the closing defect collective region H, it also turned out that there is subregion where some crystal orientation differs. The crystal orientation of subregion fine-inclines, respectively. The closing defect collective region H of the sample B was also understood that the grain which fine-inclined is included including dislocation defects and a surface state defect.

[0317](Processing of the sample A and the sample B) The grinding process of the substrate of the sample A and the sample B was carried out. It was failed by a grinding process to delete a sapphire substrate on the back. The grinding process of the surface was carried out after that, and it was considered as the shape of a monotonous substrate. It was considered as the GaN board which carries out after polishing work and has the

flat surface. The GaN board of about 1 inch in diameter a size was obtained. It becomes shape like [drawing 11 \(5\)](#). The bottom of a facet wall becomes the single crystal low dislocation company field Z (54) directly under the facet central part, and although there is no facet, the directly under portion of the flat part (C side) has become the single crystal low dislocation complementary field Y (58) in the closing defect collective region H (55). The grain boundary K gives the boundary 60. Since [drawing 11 \(5\)](#) is a sectional view, it distinguishes and it is drawing, but when it sees with the naked eye, is only a uniform transparent plate like a glass plate, and does not understand such a difference under a microscope, either. [0318]This GaN board is a substrate which makes the surface a field (0001) and C side. The substrate itself is transparent and it is flat. However, if the CL images of a substrate face are observed, the history of crystal growth can observe as contrast. When CL observation was carried out with the 360-nm light of the wavelength near the band end of GaN, it turned out that the closing defect collective region is regularly located in a line in a 400-micrometer pitch. This is the same as the pitch of the mask 53.

[0319]Although the closing defect collective region H is visible as dark contrast in many cases, depending on a place, it becomes bright contrast. Those character may not necessarily agree. Although it is bright and dark, it is CL images, and in macroscopic observation, it is completely uniform and is transparent flatness. Microscope observation is also transparent and it is flat. The bright difference that it is dark comes out for the first time as CL images.

[0320]However, the single crystal low dislocation company field Z grown-up following the pit walls 56 of a facet is visible as bright contrast of a dodecagon.

[0321]The single crystal low dislocation complementary field Y of the under for 57 flatness is visible as dark contrast. This is the portion which carried out C side growth. If it observes by CL, by contrast, the round closing defect collective region H, the single crystal low dislocation company field Z of the concentric circle, and the residual single crystal low dislocation complementary field Y are easily distinguishable.

[0322]The closing defect collective region H is extended to c shaft orientations. The closing defect collective region H exists as what penetrates a substrate crystal and is extended at right angles to a substrate face. However, the hole is not necessarily open to a substrate. A substrate is uniform packing. It is an organization which will not be seen without CL. However, some level difference may arise and the field of the closing defect collective region H may have become depressed. The level difference of about 0.3 micrometer was seen especially about the sample A. This is considered to be because for the polishing speed at the time of polish to have had some difference in the

closing defect collective region H.

[0323]since it has flat substrate shape -- penetration dislocation density etc. -- measurement -- it is easy. It is observable by CL images, an etch pit, and TEM. However, observing by CL images is easiest.

[0324]In CL images, penetration dislocation is observed as a dark point. In the sample B and the sample A, it turned out that penetration dislocation is concentrating on the inside of the closing defect collective region H. It also turned out that rearrangements gathered on the boundary of the closing defect collective region H, and it has ranked with the line. This is equivalent to a surface state defect in three dimensions. The closing defect collective region H is clearly distinguished with a closed contour (boundary line; grain boundary K) also with dark CL.

[0325]In the sample A, the shape of the closing defect collective region H was a square shape and an infinite form for a 40-micrometer diameter (a seed is a 50-micrometer diameter). With the sample B, the closing defect collective region was a 180-micrometer diameter (a seed is 200 micrometers), and was the roundish infinite form. The difference among the samples A and B is only a diameter of a closing defect collective region. And it is dependent on the size of a seed ( $\text{SiO}_2$ ).

[0326]Dislocation density decreases as the outside (the single crystal low dislocation company field Z, the single crystal low dislocation complementary field Y) of the closing defect collective region H has few rearrangements and the sample A and the sample B separate from the closing defect collective region H. Depending on a place, dislocation density may decrease sharply immediately from the closing defect collective region H. In the single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y, average dislocation density was below  $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ . In the single crystal low dislocation complementary field and the single crystal low dislocation company field, a rearrangement is parallel to C side and many are running towards the closing defect collective region H. Therefore, since absorption accumulation is carried out, a rearrangement is considered that a rearrangement becomes low in other fields (the single crystal low dislocation company field Z, the single crystal low dislocation complementary field Y) by the closing defect collective region H.

[0327]With KOH solution, temperature was raised and the GaN board of the samples A and B was etched. When observed about the sample B, the portion that especially a closing defect collective region was easy to be etched selectively existed. Other single crystal low dislocation complementary fields and a single crystal low dislocation company field are hard to be etched. The part which is hard to be made into the part

which is easy to be etched is located in a closing defect collective region. Saying is that the closing defect collective region H has not only the field that is a Ga side (0001) but a portion used as the field which are (it is hard to be etched) and an N (nitrogen) side (000-1). The single crystal low dislocation complementary field and the single crystal low dislocation company field were hard to be etched only in respect of Ga side (0001), and since polarity was reversed and the nitrogen side (000-1) had come out of a part of closing defect collective region, the place where it tends to be etched by KOH would appear in part. Thus, the part which a part of polarity reversed also exists in a closing defect collective region. When it observed in detail about the sample A to it, the portion of most closing defect collective regions H was etched, and it had become depressed. As a result of analyzing together with a TEM (transmission electron microscope) audit observation furthermore, about the closing defect collective region H of this sample A, it turned out that most consists of a single crystal which 180 degrees of crystal orientation reversed in the  $\langle 0001 \rangle$  directions in the surrounding single crystal regions. Therefore, the closing defect collective region H is a nitrogen side to the surrounding single crystal regions of the surface after polish being Ga sides. As a result of detailed analysis, in many closing defect collective regions H of the sample A, although 180 degrees of crystal orientation were reversed in the  $\langle 0001 \rangle$  directions, a certain thing became clear also the place which consists of two or more crystal grains. It is thought from these results that the indices of crystal plane of a facet with a small angle of inclination equivalent to the closing defect collective region H at the time of the crystal growth of the sample A are  $\{11-2-4\}$ ,  $\{11-2-5\}$ ,  $\{11-2-6\}$ ,  $\{1-10-2\}$ ,  $\{1-10-3\}$ , and  $\{1-10-4\}$ .

[0328]The character with a fundamental GaN board of the sample A (diameter of 50 micrometers of a sort) and the sample B (diameter of 200 micrometers of a sort) is common. The greatest difference is a size of the closing defect collective region H (40 micrometers and 180 micrometers). It can be beforehand decided with the size of a seed ( $\text{SiO}_2$ ). In order to use a substrate area as effectively as possible, it is good to make small the closing defect collective region H with many rearrangements. And a best policy enlarges the single crystal low dislocation complementary field Y and the single crystal low dislocation company field Z.

[0329]However, when the closing defect collective region H is made too much small (it is small about a seed), it may be said that the closing defect collective region H is not formed primarily. If it becomes so, it cannot say that defects are swept and collected with facet growth, but neither a single crystal low dislocation complementary field nor a single crystal low dislocation company field can be made, and dislocation density

cannot be lowered.

[0330][Growth of the sample C (diameter [ of a sort / of 2 micrometers ], and pitch 20micrometer)] GaN growth was performed about the sample C which distributed the kind of the diameter of 2 micrometer over the vertex of the equilateral triangle around [ 20 micrometer ]. This is an example also with a small pitch with a small seed diameter. You tried to make it grow up by the HVPE method like the above-mentioned samples A and B. Then, the kind ( $\text{SiO}_2$ ) of the diameter of 2 micrometer was buried, and even if it carried out facet growth, it did not become the relation that a facet bottom occurred from a seed. Therefore, the kind 53 was not able to prescribe a facet center. It is distribution of a random facet. Control of the pit position was not completed. It is a problem.

[0331]Then, the HVPE method was stopped and the GaN crystal was grown up with the late growth rate by the MOCVD method. A growth rate is reduced in order to make a pit recover from a seed ( $\text{SiO}_2$ ).

[0332]The MOCVD method does not use the metal Ga but uses as a raw material the organic metal containing Ga. A gaseous raw material uses trimethylgallium (TMG;3 fellows gas), ammonia gas ( $\text{NH}_3$ ;5 fellows gas), and hydrogen gas ( $\text{H}_2$ ; carrier gas).

[0333]The sample C was put on the susceptor of a reactor, it heated at 1030 \*\*, material gas was supplied by ordinary pressure 3 fellows:5 fellows ratio =1:2000, and GaN was grown up. The growth rates were 4 micrometer/h and growth time was 30 hours. The GaN layer about 120 micrometers thick was able to be grown up.

[0334]Crystal growth with the facet of the shape of a pit which used the kind 53 as the bottom by this was performed. Since a pit bottom agrees in the position of the kind 53, control of pit arrangement is possible. The closing defect collective region H follows the bottom of a pit.

[0335]Although the diameter of sowing was very as small as 2 micrometers in the sample C, the closing defect collective region H made at the pit bottom was small along with it, and the diameter was about 1 micrometer. That is, it not only gives the position of the closing defect collective region H, but I hear that the kind 53 can also give the size, and there is.

[0336]The single crystal low dislocation company field Z grew succeeding the bottom of the inclined plane 56 of a pit. Since the pitch is narrow, this serves as a small circle. It checked that it was a single crystal here in low dislocation by TEM observation. Corresponding to the flat face (C side) 57 between pits, the single crystal low dislocation complementary field Y was generated. It was a single crystal also here in low dislocation. Such character is as common as the samples A and B. The place which

the closing defect collective region H says is very small is the feature of the sample C. In HVPE, even if impossible, distribution of the closing defect collective region H of the same arrangement size as a small kind was able to be acquired by using the MOCVD method.

[0337][Growth of the sample D (diameter [ of a sort / of 300 micrometers ], and pitch 2000micrometer)] GaN growth was performed about the sample D which distributed the kind of the diameter of 300 micrometer over the vertex of the equilateral triangle around [ 2000 micrometer ]. This is an example also with a large seed diameter and a large pitch. It was made to grow up by the HVPE method like the above-mentioned samples A and B. The growing condition of HVPE is as follows.

[0338]

Growing temperature 1030 °C NH<sub>3</sub> partial pressure 0.3atm (30kPa) HCl partial pressure  $2.5 \times 10^{-2}$ atm (2.5kPa) Growth time 30 hours[0339]With this growth, the 4.3-mm-thick GaN thick film crystal was obtained. In the sample D, the pit which consists of a reverse 12 pyramid-shaped facet surface is seen. The closing defect collective region H was arranged regularly. The position was surely in agreement with the position of the kind (SiO<sub>2</sub> mask) 53 formed on the first GaN film.

[0340]However, pit shapes also had many places which were collapsing. The pit small in addition to the pit regularly arranged corresponding to a mask was also generated. The position control nature of a pit is imperfect.

[0341]The closing defect collective region H exists in a 2000-micrometer pitch, and its pitch is equal to the pitch of the original mask (seed) 53. In the pit in such a regular position, the beautiful [ reverse 12-sided pyramids ]-shaped thing also had a diameter at about 2000 micrometers. However, in spite of having been in the position in a 2000-micrometer pitch, there were some with which the form collapsed and the adjoining pit was connected. The pitch (the right a position.) of the pit with such shape disorder was small at about 200 micrometers. The dislocation density of the closing defect collective region H was high.

[0342]However, around the closing defect collective region H located in a prescribed position even if the closing defect collective region is carrying out mold collapse, the single crystal low dislocation complementary field Y and the single crystal low dislocation company field Z were generated, and the dislocation density of the average of the portion was below  $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ , and was low dislocation. There was also a place which generation of a single crystal low dislocation complementary field or a single crystal low dislocation company field is not clear around the closing defect collective region H made to the part [ arrangement / regular ] (not based on a seed) shifted, and

does not become low dislocation.

[0343]By the experiment by sample A-D, the diameter of the closing defect collective region H 1 micrometer - 200 micrometers, It became clear that it is conditions of [ diameter / of the kind (mask; circular part) which gives a closing defect collective region ] 20 micrometers - 2000 micrometers in the pitch of 2 micrometers - 300 micrometers, and a closing defect collective region, and the effect of this invention can fully be acquired.

[0344][Example 2 (GaAs, Si, the sapphire substrate; patterns A and H (A+ELO); drawing 12)] The following three kinds of dissimilar-material boards were prepared.

b. (111) Field GaAs substrate RO .C side (0001) sapphire substrate Ha . (111) side Si substrate [0345]Si is the cubic system of diamond structure. GaAs is sphalerite structure (Zinc Blende) type cubic system. GaN is a hexagonal system. The C side has symmetry-of-revolution nature 3 times. As for cubic system, only a field (111) has symmetry 3 times. Then, Si and GaAs use the substrate of the field (111) of symmetry 3 times. Sapphire is a trigonal system. In order to make it grow up to be c shaft orientations, sapphire uses a single crystal with C side (0001) as a substrate.

[0346]Drawing 12 (1) The growing method of GaN was illustrated to - (3). After sample A-D attached the GaN layer of 2-micrometer thickness on the different-species board, it attached mask ( $\text{SiO}_2$ ) material, and formed the kind 53, but in Example 2, attaches a mask material on the dissimilar-material substratum substrate 51 from the start, and forms the kind 53. The kind 53 of the pattern with 6 times symmetry to which a circular part remains on the vertex of an equilateral triangle which formed the  $\text{SiO}_2$  layer of 0.1-micrometer thickness in the different-species board 51 directly, and was periodically provided by the photolithography was formed.

[0347]The arrangement pattern of the kind 53 used in Example 2 is two, A and the pattern H. The pattern A is the same as Example 1. The pattern H is the hybrid type which piled up the ELO (lateral growth) mask on the pattern A.

[0348](Pattern A) It is considered as the same arrangement as the pattern A of Example 1 (a 50-micrometer diameter, a 400-micrometer pitch). That is, a circular part 50 micrometers in diameter is provided in the vertex supposing a with an one-side [ 400-micrometer equilateral triangle ] set. The field (space 19: drawing 6 (a)) where this is other comes out as it is, and attaches nothing.

[0349](Pattern H) It is considered as the hybrid mask which superimposed the pattern A (a 50-micrometer diameter, a 400-micrometer pitch) and the ELO mask. The pattern A provides a circular part 50 micrometers in diameter in the vertex supposing a with an one-side [ 400-micrometer equilateral triangle ] set. This is a pattern in which the



direction of an opening takes a large area. An ELO (Epitaxial Lateral Overgrowth) mask is attached to a portion (unfilled space part 19) without the circular part. That it is as an ELO mask is a mask pattern used when performing lateral overgrowth. It is a pattern whose mask surface product there are few openings and is larger. For example, one side arranges a dot form opening (window) 2 micrometers in diameter here on the vertex of the equilateral triangle of a pattern everywhere covered with the equilateral triangle which is 4 micrometers. He is trying for one side of the equilateral triangle used as a standard to become the direction of one side of the equilateral triangle of the pattern A, and parallel. In drawing 12 (1), since it is too fine, the graphic display of the ELO pattern has been omitted, but the thin film layer in which many windows exist is provided between the kinds 53.

[0350] Since a mask pattern is directly put on a different-species board, the direction of a GaN crystal cannot define the direction. The direction of a different-species board needs to define. In the case of the pattern A, the direction of the neighborhood of an equilateral triangle is made a reference direction. In the case of the GaAs substrate, the reference direction made it the  $\langle 1-10 \rangle$  direction. In the case of the sapphire substrate, it was made into the  $\langle 1-100 \rangle$  direction. In the case of the Si substrate, it was made into the  $\langle 1-10 \rangle$  direction. In this way, a pattern differs from that whose substrate is different, and four kinds of sample E-H were produced. Each sample is as follows.

[0351] Sample E; what formed the pattern A (a 50-micrometer diameter round part, a 400-micrometer pitch) as a seed pattern directly on the GaAs substrate (111).

Sample F; what formed the pattern A (a 50-micrometer diameter, a 400-micrometer pitch) as a seed pattern directly on the sapphire substrate (0001).

Sample G; that in which the pattern A carried out seed pattern formation directly on the Si substrate (111).

Sample H; what formed the pattern H (pattern A+ELO) directly on the GaAs substrate.

[0352] The state where the mask of these samples was attached is shown in drawing 12 (1). Having formed the mask pattern in the substrate directly differs from Example 1, without attaching a GaN layer on a different-species board. The layer of GaN was formed by the HVPE method like [ E-H / sample ] Example 1. The HVPE method has Ga boat above a reactor, and has a susceptor for putting a substrate caudad. Hydrogen gas and HCl gas are supplied to Ga boat from the upper part, and GaCl is generated. GaCl is the method of supplying ammonia in the part in contact with the substrate which flowed below and was heated, and compounding GaN by a reaction with GaCl. After growing up a GaN buffer layer to be up to a mask at low temperature, a GaN epilayer is thickly grown up at an elevated temperature. Two steps of growth are carried

out about GaN.

[0353](1. Growth of a GaN buffer layer) The GaN buffer layer was grown up by the HVPE method on GaAs, sapphire, a Si substrate, etc. on the following conditions. Usually often carrying out provides a buffer layer.

Ammonia partial pressure 0.2atm (20kPa) HCl partial pressure  $2 \times 10^{-3}$ atm (200 Pa) Growing temperature 490 °C \*\* Growth time 15 minutes Buffer layer thickness 50 nm[0354](2. Growth of a GaN epilayer) An epilayer is provided at an elevated temperature by the HVPE method on the buffer layer which carried out low-temperature growth.

Ammonia partial pressure 0.2atm (20kPa) HCl partial pressure  $2.5 \times 10^{-2}$ atm (2500 Pa) Growing temperature 1010 °C \*\* Growth time 11 hours Epilayer thickness About 1300 micrometers (1.3 mm)[0355]Thus, the technique into which a buffer layer is grown up to be at low temperature, and an epilayer is grown up at an elevated temperature is known well. The GaN board whose thickness is transparent at 1.3 mm was obtained for sample E-H. Appearance is the same as that of the sample of Example 1. It has sensibility like [ it is transparent and ] glass. We will know the difference between a closing defect collective region, a single crystal low dislocation company field, a single crystal low dislocation complementary field, etc. only after observing by CL. However, since facet growth is carried out, microscope observation may be sufficient as surface unevenness (pit), and it is known.

[0356]A sectional view is shown in drawing 12 (2). All of four samples had on the surface many pits which consist of the facet surface 56. The pit center position (bottom) 59 had agreed with the mask position first provided as the kind 53 (SiO<sub>2</sub>). That is, a pit with a diameter of 400 micrometers which carried out the maximum dense arrangement as well as Example 1 touches mutually, and exists on the surface. Pits are reverse 12-sided pyramids and it was also checked that a facet with a smaller angle exists in the central part.

[0357]On the kind 53, the closing defect collective region (H) 55 continues, and an it top serves as the bottom 59 of the pit. The bottom of the inclined plane 56 of a pit serves as the single crystal low dislocation company field Z, and the bottom of the flat face 57 of C side serves as the single crystal low dislocation complementary field (Y) 58. The single crystal low dislocation complementary field Y and the single crystal low dislocation company field Z were single crystals in low dislocation.

[0358](Grinding process) The grinding process was carried out to sample E-H. The rear face was ground first and the GaAs substrate, Si substrate, and sapphire substrate which are the different-species boards 51 were removed. The kind 53 is also removed in

passing. Furthermore the surface was also ground and the surface was made flat except for the pit. The substrate which has a flat surface and rear surface was made. As for the diameter, an about 2-inch flat smooth transparent substrate was obtained. [Drawing 12](#) (3) shows the state. All of these substrates are the transparent substrates which use a GaN (0001) side (C side) as the surface. The closing defect collective region (H) 55 is located in a line with the substrate face with symmetry 6 times. The center is in agreement with the kind 53 set up first. Each closing defect collective region H was an infinite form. The diameter of the closing defect collective region H was about 40 micrometers. It is a size corresponding to a seed pattern (a 50-micrometer diameter, a 400-micrometer pitch). It is the result of giving a nod of assent, if it thinks that a closing defect collective region grows on the SiO<sub>2</sub> kind 53 which has symmetry 6 times.

[0359]Inside the closing defect collective region H, although dislocation density is high, dislocation density falls as it separates from a closing defect collective region. The single crystal low dislocation complementary field (Y) 58 of the outside of the closing defect collective region H and the single crystal low dislocation company field Z had made low dislocation density. Any sample was the low dislocation below  $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ . More specifically the average dislocation density of the single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y, Sample E (GaAs substrate);  $2 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$  sample F (sapphire substrate);  $1 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$  sample G (Si substrate);  $3 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$  sample H (GaAs substrate);  $9 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$  [0360]It came out. All have sufficient low dislocation density. It seems that there is a dependency over a substratum substrate. It is a sapphire substrate (F) which makes dislocation density low most in E, F, and G. Subsequently, a GaAs substrate (E) makes dislocation density low. It seems that the operation of rearrangement reduction of a Si substrate (G) is the weakest.

[0361]The sample H which furthermore used the technique of ELO together has the most remarkable low-dislocation-izing. Compared with the sample E of only a seed mask, average dislocation density is decreasing in the abbreviation half. It is presumed that an operation of the reduction (closing defect collective region H) with a seed mask and an ELO mask (rearrangement reduction by a turn and collision) is the same grade generally.

[0362]The state of the closing defect collective region H was the same as Example 1. The pit which consists of facet surfaces grows on the first kind 53, a rearrangement concentrates on the bottom of a pit, and a closing defect collective region is formed. Since a rearrangement concentrates on a closing defect collective region, the rearrangement is decreasing in the other single crystal low dislocation company fields Z

and the single crystal low dislocation complementary field Y.

[0363](Wonder of the sample E) Two samples were produced about the sample E (GaAs substrate; pattern A). The appearance of the growth crystal differed about two sheets in the wonderful thing. The closing defect collective region H, the single crystal low dislocation company field Z, and the single crystal low dislocation complementary field Y were clearly distinguished like point \*\* as Example 1 or Example 2, and one sheet of the sample E had become low dislocation in Z+Y. However, although the pit which becomes one substrate which will be sample E Accepted from a facet surface was generated by the position symmetrical with 6 times right on the kind 53, it turned out that the closing defect collective region H does not exist in the center of a pit. It is understood by seeing CL images. It is wonderful that what is different by the same process was made.

[0364](The sample E lacking in a closing defect collective region) When the sample E was investigated more minutely, it turned out that the bunch of the rearrangement which there is no closing defect collective region H which should follow the bottom 59 of a pit, and should be collected by the facet has spread to the large field. Average dislocation density was  $6 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ . Therefore, dislocation density is higher than the single crystal low dislocation company field of other samples, and a single crystal low dislocation complementary field. In this sample E, the rearrangement group was located in a line with the line from the center 59 of a pit in some pits. The surface state defect also existed in the surroundings of the line defect. This surface state defect is a surface state defect to which drawing 1 (b) makes the angle of 60 degrees mutually. A line defect is a nodal line of a surface state defect, and is prolonged directly under a pit bottom. The surface state defect had some which have been prolonged ranging from the pit center to not less than 100 micrometers. This will be considered that the once concentrated rearrangement distributed scatteringly.

[0365]When the closing defect collective region has disappeared like [ one ] the sample E, in the pit which consists of facets, a pile-up-of-dislocations set is not performed well, but a rearrangement spreads, and a surface state defect appears at a pit bottom. Of course, the arrangement of a pit is transferring the arrangement of a seed correctly even in such a case. However, the closing defect collective region H is not formed in a pit pars basilaris ossis occipitalis (empty pit). Therefore, low dislocation-ization is not made. It is useless in an empty pit.

[0366]That is, in order to make effective this invention which tries to make a low dislocation GaN crystal, I hear that two conditions, the closing defect collective region H is generated [ that a pit transfers the arrangement of a seed faithfully and is generated

and ] by the pit bottom, are indispensable, and there are. As for a pit, just having been formed regularly is insufficient. Furthermore, the closing defect collective region H must be formed in the pit bottom. In the GaN board of this invention, he can understand the importance of the closing defect collective region H.

[0367][Example 3 (kind of mask)] The GaAs substrate which has a plane direction (111) As side was prepared as two or more sheet substratum substrate. In order to confirm what kind of effect the difference in a mask (seed pattern) has, the seed pattern of a thin film which is different in a substrate is produced. (111) Thing (I) which formed 0.15-micrometer-thick  $\text{Si}_3\text{N}_4$  thin film in As-GaAs substrate directly, The thing (J) in which 0.2-micrometer-thick Pt membrane was formed, the thing (K) in which 0.2-micrometer-thick W thin film was formed, and the thing (L, M) in which the 0.1-micrometer-thick  $\text{SiO}_2$  thin film was formed were produced.

[0368]Resist was applied, by a photolithography and etching, some thin films were removed and the seed pattern was produced. The seed pattern was used as the pattern A symmetrical with 6 times (drawing 6 (a)) described in Example 1 about SiN-film (I), Pt membrane (J), and W thin film (K). The pattern A arranges the circular kind of a 50-micrometer diameter on the vertex of what consists of a repetition of one-side the equilateral triangle of 400 micrometers. It was made for the direction of one side (pitch) of an equilateral triangle to become parallel to the <1-10> direction of a GaAs substrate.

[0369]About the  $\text{SiO}_2$  thin film substrate, the pattern L symmetrical with 4 times and the pattern M symmetrical with two times were produced. The pattern L is symmetrical with 4 times which has arranged the circular kind of a 50-micrometer diameter on the vertex of what consists of a repetition of one-side the square of 400 micrometers. The pattern M is symmetrical with the two times which have arranged the circular kind of a 50-micrometer diameter on the vertex of what consists of a repetition of the rectangle of 400 micrometers x 600 micrometers. It was made, as for the pattern L, for the direction of one side of a repetition square to become parallel to the <1-10> direction of a GaAs substrate. It was made, as for the pattern M, for the direction of the shorter side of a repetition rectangle to become parallel to the <1-10> direction of a GaAs substrate.

[0370]Four kinds of thin films were investigated with the X-ray diffraction method.  $\text{Si}_3\text{N}_4$  thin film (I) was amorphousness and polycrystal and W thin film of Pt membrane (J) were [ polycrystal and a  $\text{SiO}_2$  thin film ] amorphous. A sample with these five kinds of seed masks is set to the sample I, J, and K, L, and M.

[0371]The pattern A of a sample I; $\text{Si}_3\text{N}_4$  thin film. GaAs substrate sample J formed directly ;P The pattern A of t thin film. The GaAs substrate which formed directly the pattern M of the GaAs substrate sample M; $\text{SiO}_2$  thin film which formed directly the

pattern L of the GaAs substrate sample L; SiO<sub>2</sub> thin film which formed directly the pattern A of the GaAs substrate sample K; W thin film formed directly [0372] Then, GaN was grown up by the HVPE method on these sample board. The HVPE method in Example 3 is the same as the thing in Examples 1 and 2. There is a susceptor which Ga boat is above a hot wall type reactor, and put the substrate on it caudad. Ga is heated by not less than 800 \*\*, and has become Ga melt. A substrate is also heated by the following temperature. Hydrogen and HCl gas are sprayed on Ga boat from the upper part, and GaCl is compounded. Although it reacts to NH<sub>3</sub> (+ hydrogen) which GaCl processes it and is introduced near the substrate and GaN is made, it accumulates on a substrate and serves as a GaN layer.

[0373] A buffer layer is first grown up thinly at low temperature, and an epilayer is thickly grown up at an elevated temperature on it. Conditions are as follows.

(The growing condition of a buffer layer; the HVPE method) Growing temperature 490 \*\* NH<sub>3</sub> partial pressure 0.2atm (20kPa) HCl partial pressure  $2 \times 10^{-3}$ atm (200 Pa) Growth time 20 minutes Thickness 60 nm [0374]

(The growing condition of an epitaxial layer; the HVPE method) Growing temperature 1030 \*\* NH<sub>3</sub> partial pressure 0.25atm (25kPa) HCl partial pressure  $2.5 \times 10^{-2}$ atm (2.5kPa) Growth time 13 hours Thickness 1800 micrometers (average) [0375] The sample which deposited an average of 1.8-mm GaN thick film had many pits in the surface. The sample I, J, and K had the almost same surface shape on appearance. It had many pits which consist of a facet surface on reverse 12 pyramids, and moreover, the position was in agreement with the position of the kind of the shape of circular dots established on the substrate at the beginning, and was correctly located in a line with symmetry 6 times. That is, it is shown in drawing 6 (b). The pitch was about 400 micrometers, the path of the pit was also about 400 micrometers, and the adjoining pit was circumscribed and became two-dimensional maximum dense arrangement. The appearance top was completely the same as the sample A of Example 1. That is, the position and pit center position of the seed had agreed.

[0376] It was the same at the point that many pits which consist of a facet of reverse 12-sided pyramids also about the samples L and M are seen. However, the arrangement was different and the sample L became what that consists of a square pattern of a 400-micrometer pitch is symmetrical with 4 times. The sample M became what that consists of a rectangular pattern of 400 micrometers of shorter sides, and 600 micrometers of long sides is symmetrical with two times. The position and pit center position of the seed had agreed also in these.

[0377] With the sample M, the large gap between Pitt Pitt is generated along a

rectangular long side (single crystal low dislocation complementary field Y). In this single crystal low dislocation complementary field Y, Pitt generating corresponding to sowing appeared here and there in some places. However, in most, Pitt and a kind were carrying out up-and-down correspondence.

[0378]The shape of the bottom of Pitt who consists of facet surfaces was observed. In the sample I, J, and K, L, and M, existence of the facet surface (n of a c axis index is large) where an angle is shallower than the facet surface which forms the Pitt inclined plane in the Pitt bottom was checked. However, the unevenness rough at the Pitt bottom was seen about the sample J. Then, the grinding process of these five kinds of sample I-M was carried out. That is, it was failed by a grinding process to delete a GaAs substrate on the back, and the grinding process of the surface was carried out, and it was considered as the shape of a monotonous substrate. The after polishing work was performed and it was considered as the substrate which has the flat smooth surface. A substrate about 2 inches in diameter was obtained.

[0379]The substrate of these samples I, J, and K is a substrate which makes the surface a field (0001), i.e., C side. The substrate itself is flat and it is transparent. The closing defect collective region H was regularly located in a line with the surface. About the samples I-K, the closing defect collective region was located in a line with symmetry 6 times, and the shape of the closing defect collective region H was the infinite form which contained the square shape in the sample I, K, and L and M. The diameter was about 40 micrometers. However, in the sample J, in the closing defect collective region, the diameter varied in 50 micrometers - 80 micrometers, and the shape had many which are circular and the roundish infinite form.

[0380]Also in which sample, there are few rearrangements on the outside of a closing defect collective region. Dislocation density decreases as it separates from a closing defect collective region. It also checked that a rearrangement decreased sharply from the boundary of a closing defect collective region depending on a place.

[0381]Each average dislocation density in the single crystal low dislocation company field Z of the outside of the closing defect collective region H and the single crystal low dislocation complementary field Y was below  $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ . It is more specifically sample I:  $1 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$  sample J:  $4 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$  sample K:  $2 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$  sample L:  $2 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$  sample M:  $4 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ . [0382]It was the dislocation density which is said. In the sample I, K, and L and M, the situation of the closing defect collective region H was the same as the sample A of Example 1. The pit which consists of facet surfaces was formed considering the circular mask (seed) as a center, and it turned out that a closing defect collective region grows following a pitch bottom on a circular mask (seed), and that the

rearrangement is brought together in the closing defect collective region H.

[0383]When the CL images of the substrate face were taken and observed, about the sample J which used Pt as the seed, it turned out that a situation is different for a while. It became clear that the closing defect collective region H is polycrystal. When the structure of the closing defect collective region H was analyzed by CL images and TEM, it turned out that there are various gestalten in the closing defect collective region H.

[0384]It may be the polycrystal which consists of some crystal grain children like the sample J. That is not right, and although the number of crystal grains is one (single crystal), they may have different crystal orientation from the single crystal regions (Z, Y) around it. Or it may have crystal orientation which is different from surrounding single crystal regions although only  $\langle 0001 \rangle$  axes are in agreement. It turned out that there are the closing defect collective regions H various such.

[0385]Also in the sample J which used Pt as the seed, the pit which consists of facet surfaces is formed considering a circular mask as a center, The closing defect collective region H is formed on a circular mask, and the point that the closing defect collective region H is brought together in the closing defect collective region H in the rearrangement by growing up along with a pit bottom is common in other things.

[0386]The closing defect collective region H of the polycrystal which appeared to the sample J notably was accepted also about the sample A and the sample E. It appeared clearly especially in the sample J. It is thought that the closing defect collective region H of polycrystal is because it came to generate since the poly crystal which consists of GaN formed on the circular mask in early stages of growth was prolonged previously, and it had fully extended before being embedded in the facet surface where an angle is shallow. About the sample L, it had generated in the position symmetrical with 4 times so that the closing defect collective region H might come to the vertex of one-side the square which is 400 micrometers. About the sample M, it generated in the position of symmetry twice so that it might come to the position of the rectangular vertex whose closing defect collective regions H are 400 micrometers x 600 micrometers. The direction of the maximum contiguity of the adjoining closing defect collective region (pitch direction) had turned into the  $\langle 11-20 \rangle$  direction of the GaAs substrate. The position of the closing defect collective region H and a pit can be arranged to an orthogonal system by arrangement like the samples L and M. When the device of a square and a rectangle is produced, rearrangement distribution and crystallinity can be made the same in each. In the samples L and M, although the arrangement direction (pitch direction) of the pattern was set to  $\langle 11-20 \rangle$ , it is good also as  $\langle 1-100 \rangle$ .

[0387][Example 4 (; which uses GaN particles as a seed [drawing 13](#))] A GaN single



crystal and GaN polycrystal were ground and the particles of GaN were produced. This particle is particles of the single crystal of GaN, and polycrystal. The diameter varied in 10 micrometers - 50 micrometers. The metal plate which punched the detailed hole was produced in the position of the with an one-side [ 500-micrometer equilateral triangle ] with which it covered further everywhere vertex. Since particles cannot use a photolithography, they use the metal plate as a stencil for regular seeding.

[0388]The sapphire substrate 61 which uses C side as the surface as a substrate was prepared ([drawing 13 \(1\)](#)). The GaN epilayer 62 about 3 micrometers thick was beforehand grown up into the surface of the sapphire substrate 61 by the HVPE method on the whole surface ([drawing 13 \(2\)](#)). On the GaN layer on a sapphire substrate, the metal plate was set and GaN particles were scattered from on the so that the direction of the neighborhood of an equilateral triangle might become parallel to <11-20> of GaN. Particles enter into micropore and it adheres on a GaN layer. It means that removal of a metal plate would have arranged the particles 63 as a seed on the GaN layer at the position symmetrical with 6 times. It is in the state which it shows to [drawing 13 \(3\)](#).

[0389]Two kinds of things which pushed single crystal GaN particles and polycrystal GaN particles in the metal plate, and were sprinkled on the GaN layer were produced. Let each be the samples N and O.

Sample N: The sapphire substrate with a GaN layer which has arranged GaN polycrystal particles as a sapphire substrate sample O: kind with a GaN layer which considered it as the seed and has arranged GaN single crystal particles [0390]On these substrates, the thick layer of GaN was grown up by the HVPE method. The technique is the same as what was described in Examples 1, 2, and 3. A susceptor board is placed on the susceptor of the reactor which has a susceptor for Ga boat caudad up, It heats at 800 \*\*, HCl and hydrogen gas are led to Ga boat, and it leads ammonia and hydrogen gas to a susceptor, after Ga boat compounds GaCl<sub>3</sub> is made to react to ammonia and makes a GaN layer deposit on a substrate.

[0391](EPI growing condition)

Growing temperature 1050 \*\*NH<sub>3</sub> partial pressure 0.3atm (30kPa)

HCl partial pressure  $2.5 \times 10^{-2}$ atm (2.5kPa)

Growth time 10-hour growth thickness About 1400 micrometers [0392]With this growth, about 1400-micrometer GaN thick film layer was obtained. In the appearance top, the samples N and O were carrying out the almost same surface shape. It became a thing as sectional shape shows to [drawing 13 \(4\)](#). The pit which consists of the facet surface 66 of reverse 12-sided pyramids exists in the surface in regular arrangement. On the surface, in most, the maximum dense arrangement of the pit is carried out in two

dimensions, a pit 500 micrometers in diameter circumscribes it, and it exists. The flat part 67 (C side) is between pits. Observation of the pit bottom 69 observed a certain thing also what has another facet surface (c axial surface index n is large) where an angle of inclination is shallower than the facet surface 66.

[0393]The portion following the bottom 69 is the closing defect collective region (H) 65, and is divided by the grain boundary (K) 70. The outside of the grain boundary K70 is single crystal low dislocation company field Z (64) directly under the facet surface 66. It is the single crystal low dislocation complementary field (Y) 68 directly under the flat face 67. That is, the pit bottom 69-closing defect collective region (H) 65-kind 63 is located in a line up and down. The facet 66-single crystal low dislocation company field Z and the flat part 67-single crystal low dislocation complementary field (Y) 68 are located in a line up and down.

[0394]Since the substrate of the samples N and O was irregular, it performed the grinding process. The grinding process of the rear face is carried out first, and it was failed to shave the sapphire substrate 61 and the kind (particles) 63. Furthermore the grinding process of the surface was carried out, the pit was extinguished, and it was considered as the flat surface. It was considered as the monotonous board with the flat smooth surface furthermore ground. The GaN board of the size about a 2-inch diameter was obtained.

[0395]A flat smooth board is shown in [drawing 13](#) (5). The closing defect collective region H, the single crystal low dislocation company field Z of the both sides, and the single crystal low dislocation complementary field Y of the further distant part appear in a section. These substrates N and O are substrates which make the surface a field (0001), i.e., C side. The substrate itself is transparent and, with the naked eye, it only looks uniformly transparent. If it sees by CL or TEM, it can discriminate from the closing defect collective region H, the single crystal low dislocation company field Z, and the single crystal low dislocation complementary field Y clearly. The closing defect collective region H was regular, and was located in a line with the position of symmetry 6 (it is the same as a seed) times. The (cross section) shape is an infinite form. Although the diameter of the closing defect collective region H had dispersion, it was a grade (10 micrometers - 70 micrometers). This is reflecting dispersion in the diameter of the particles which are seeds.

[0396]The defect in which the inside of the closing defect collective region H is high-density exists. In the single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y, a rearrangement decreases as it separates distantly [ there are few rearrangements and ] from the closing defect collective region

H. There was also a place which decreases sharply only by separating a few from grain boundary K (70). The average dislocation density in the single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y was below  $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$  any sample. Each is the sample N. :  $1 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$  sample O: It was the dislocation density  $2 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ . The situation of the closing defect collective region H was the same as that of the sample A of Example 1.

[0397]Since particles are positioned with a metal plate in Example 4, because of dispersion in the diameter of a particle, or dispersion of spraying, accuracy of position is not [ 1 or about 2 example using a photolithography ] high. Thus, it was confirmed that particles can also be used as a kind of the closing defect collective region H. It also turned out that the single crystal particles (sample N) of GaN or GaN polycrystal particles (sample O) do not have a difference, either.

[0398]In order to avoid an impurity, the GaN itself was made into particles here, but the particles of the other semiconductor material, a metallic material, and an insulating material can serve as a kind of the closing defect collective region H similarly. Even in such a case, since rear-face polish also removes the kind 63 with the substratum substrate 61, the internal structure of the last flat board does not change.

[0399][Example 5 (; which uses a substratum substrate part exposing part as a seed drawing 14)] The sapphire substrate 71 which uses C side as the surface as a substrate was prepared (drawing 14 (1)). The GaN epilayer 72 about 2 micrometers thick was beforehand grown up into the surface of the sapphire substrate 71 by the MOCVD method on the whole surface (drawing 14 (2)).

[0400]The seed pattern which covered with the equilateral triangle without dark circles so that the direction of the with an one-side [ 400-micrometer equilateral triangle ] neighborhood might become parallel to <11-20> of GaN72 is assumed on on a sapphire substrate. A round hole 70 micrometers in diameter was made in GaN layer 72 of a part which hits the equilateral triangle vertex of the seed pattern. It comes to be shown in drawing 14 (3). The GaN growth on the round hole 73 which is a substratum substrate side is delayed for up [ of GaN layer 72 ]. Therefore, the substratum substrate disclosure side 73 of a round hole may function as a seed. Example 5 uses a substratum substrate exposing part as the kind 73 in this way. Since this does not use other materials, it has the outstanding advantage that moreover the purity of GaN can position correctly by a photolithography highly. This seed pattern is also a symmetrical 6 times pattern which are pitch 400micrometer and 70 micrometers of \*\*\*\*. Let the substrate which has the pattern P and the pattern P of *Perilla frutescens* (L.) Britton var. *crispa* (Thunb.) Decne. for this be the sample P. Sample P: The sapphire substrate with a GaN layer which has a

dissimilar-material substratum substrate exposing part as a seed [0401] On this substrate P, the thick layer of GaN was grown up by the HVPE method. The technique is the same as what was described in Examples 1, 2, 3, and 4. A susceptor board is placed on the susceptor of the reactor which has a susceptor for Ga boat caudad up. It heats at not less than 800 \*\*, HCl and hydrogen gas are led to Ga boat, and it leads ammonia and hydrogen gas to a susceptor, after Ga boat compounds GaCl, is made to react to ammonia and makes a GaN layer deposit on a substrate.

[0402] (EPI growing condition)

Growing temperature 1030 \*\*NH<sub>3</sub> partial pressure 0.25atm (25kPa)

HCl partial pressure  $2.0 \times 10^{-2}$  atm (2kPa)

Growth time 12-hour growth thickness About 1500 micrometers [0403] With this growth, about 1500-micrometer GaN thick film layer was obtained. It became a thing as the sectional shape of the sample P shows to [drawing 14](#) (4). The pit which consists of the facet surface 76 of reverse 12-sided pyramids exists in the surface in regular arrangement. On the surface, in most, the maximum dense arrangement of the pit is carried out in two dimensions, a pit 400 micrometers in diameter circumscribes it, and it exists. The flat part 77 (C side) is between pits. Observation of the pit bottom 79 observed a certain thing also what has another facet surface (c axial surface index n is large) where an angle of inclination is shallower than the facet surface 76.

[0404] The portion following the bottom 79 is the closing defect collective region (H) 75, and is divided by the grain boundary (K) 80. The outside of the grain boundary K80 is the single crystal low dislocation company field Z directly under the facet surface 76. It is the single crystal low dislocation complementary field (Y) 78 directly under the flat face 77. That is, the pit bottom 79-closing defect collective region (H) 75-kind 73 is located in a line up and down. a facet -- 76 - a single crystal -- low dislocation -- company -- a field -- (-- Z --) -- 74 -- and -- a flat part -- 77 - a single crystal -- low dislocation -- a complementary -- a field -- (-- Y --) -- 78 -- up and down -- standing in a line -- \*\*\*\*.

[0405] Since the substrate of the sample P was irregular, it performed the grinding process. The grinding process of the rear face is carried out first, and it was failed to delete the sapphire substrate 71 and GaN layer 72 (portion which sandwiches the kind 73). Furthermore the grinding process of the surface was carried out, the pit was extinguished, and it was considered as the flat surface. It was considered as the monotonous board with the flat smooth surface furthermore ground. The GaN board of the size about a 2-inch diameter was obtained. A flat smooth board is shown in [drawing 14](#) (5). The closing defect collective region H, the single crystal low dislocation

company field Z of the both sides, and the single crystal low dislocation complementary field Y of the further distant part appear in a section.

[0406]These substrates N and O are substrates which make the surface a field (0001), i.e., C side. The substrate itself is transparent and, with the naked eye, it only looks uniformly transparent. If it sees by CL or TEM, it can discriminate from the closing defect collective region H, the single crystal low dislocation company field Z, and the single crystal low dislocation complementary field Y clearly. The closing defect collective region H was regular, and was located in a line with the position of symmetry 6 (it is the same as a seed) times. The (cross section) shape is an infinite form. The diameter of the closing defect collective region H was about 50-micrometer grade. Since the substratum substrate disclosure side 73 is correctly formed by the photolithography, there is little dispersion in a diameter. There is also little dispersion in a position. It is a high-precision technique.

[0407]The defect in which the inside of the closing defect collective region H is high-density exists. In the single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y, a rearrangement decreases as it separates distantly [ there are few rearrangements and ] from the closing defect collective region H. There was also a place which decreases sharply only by separating a few from grain boundary K (80). The average dislocation density in the single crystal low dislocation company field Z of the sample P and the single crystal low dislocation complementary field Y was below  $1 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ . The situation of the closing defect collective region H was the same as that of the sample A of Example 1.

[0408]Thus, it was confirmed that the substratum substrate disclosure side 73 which removed a part of GaN layer can also be used as a kind of the closing defect collective region H. This uses the GaN layer itself as a negative of a seed, and does not have a problem of impurity contamination. There is no heterogeneity of the thickness direction of a GaN crystal because GaN of the portion of a seed is shaved off at any rate.

[0409][Example 6 (a GaN board, the pattern A; [drawing 15](#))] Two kinds of samples were prepared about Example 6. One is the GaN board created with the pattern A (seed pattern circular part 50 micrometers, and circular part pitch 400micrometer) used in Example 1 ([drawing 15](#) (1)). [ in diameter ] The substratum substrate is already removed and this is also ground by performing surface treatment.

Preparation is made so that epitaxial growth can be realized on a substrate.

Let this be the sample Q.

[0410]The thing which made the SiO<sub>2</sub> thin film form is used for another on a sapphire substrate. This provides a 2-micrometer-thick GaN EPI growth phase by the MOCVD

method on a sapphire substrate beforehand, forms a 0.1-micrometer-thick SiO<sub>2</sub> thin film on the surface of an EPI growth phase, and performs pattern formation by photo lithography. The creation process is the same as Example 1, and uses the pattern A. This is called the sample R.

[0411] Thickness attached the GaN epitaxial growth layer simultaneously on Q and R using these samples Q and the sample R (drawing 15 (2), (3)). The same HVPE method as an old example was adopted as this as a grown method. After setting a substrate to a reactor, temperature up of the carrier gas was carried out as H<sub>2</sub> gas, and it grew up the GaN epitaxial layer at a 1030 °C elevated temperature. It is as [growing condition / of an epitaxial layer] follows. Both the substrate diameters of the sample Q and the sample R are diameters of 30 mm.

[0412] (EPI growing condition)

Growing temperature 1030 °C NH<sub>3</sub> partial pressure 0.25atm (25kPa)

HCl partial pressure  $2 \times 10^{-2}$  atm (2kPa)

Growth time 80-hour growth thin film About 10 mm [0413] As a result, the ingot of the GaN crystal about 10 mm thick was obtained for the sample Q and the sample R. These two ingots are called Q ingot and R ingot, respectively. Each has the same surface shape and these ingots were growing. That is, according to the original pattern, the maximum dense arrangement is carried out in most in two dimensions, and it has the form where it covered with the pit which consists of a facet with a diameter of 400 micrometers. especially -- it should observe -- in Q ingot, although only further grown up on the GaN board which did not provide the pattern in particular but was already created, the surface shape after growth is having become a surface shape equivalent to having carried out pattern formation.

[0414] The end of Q ingot and R ingot was cut perpendicularly, and the section was observed. The section of Q ingot is shown in drawing 15 (3). As a result, in Q ingot, on the closing defect collective region 55H of a seed crystal, the closing defect collective region 85H succeeds, and it grows up. Although it was not necessarily in agreement on the single crystal low dislocation company field 54Z or the single crystal low dislocation complementary field 58Y, it turned out that either the single crystal low dislocation company field 84Z or the single crystal low dislocation complementary field 88Y is growing. Of course, the field of the closing defect collective region 85H is located in the bottom 89 of the pit which consists of the facet surface 86.

[0415] After performing slice machining to these two kinds of ingots and cutting down several Oshi's GaN board, a surface grinding process and polishing work were performed. The wire saw was used for slice machining. As a result, every nine GaN

boards were obtained from each ingot (drawing 15 (4)).

[0416] These substrates are considered for 6-7 sheets in early stages of growth to be good although 2-3 foreign matter defects in the end of growth, etc. were seen. These substrates are substrates which make the surface a field (0001) and C side.

The substrate itself is flat and it is transparent.

The closing defect collective region H was regularly located in a line with symmetry 6 times in most in the substrate face, the shape was an infinite form, and the path was about 50 micrometers. On the outside of the closing defect collective region H, dislocation density decreases as there are few rearrangements and it separates from the closing defect collective region part H. The rearrangement also checked that there was a place which decreases sharply depending on a place from the boundary of the closing defect collective region part. Each average dislocation density of the outside of a closing defect collective region part is below  $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ .

It can be equal to use as a practical GaN board.

It is thought that this method is an effective manufacturing method connected with the productivity drive of crystal growth.

[0417]

[Effect of the Invention] With facet growth, this invention brings a rearrangement together in a pit pars basilaris ossis occipitalis, low-dislocation-izes other portions, forms the closing defect collective region H in a pit pars basilaris ossis occipitalis, and shuts up a rearrangement, and it is not said again that it sets it free. Three problems previously mentioned as a technical problem for the closing defect collective region H, [0418] (1) Reduction of MOYAMOYA-like distribution of the rearrangement from the rearrangement collective part of the center of a pit which consists of facet surfaces.

(2) Disappearance of the surface state defect of the rearrangement collective part of the center of a pit which consists of facet surfaces.

(3) Control the position of the rearrangement collective part of the center of a pit which consists of facet surfaces. All this inventions are solvable.

[0419] The position of the closing defect collective region H where rearrangements gathered can be correctly controlled by the method of this invention, and the gallium nitride substrate of low dislocation can be produced by it. The GaN board of this invention is a single crystal in low dislocation in the portion (the single crystal low dislocation company field Z and the single crystal low dislocation complementary field Y) which the rearrangement is gathered into the regular specific narrow portion, and is used for the significant part of a device. The thing optimal as low dislocation GaN boards, such as an InGaN purple-blue laser diode (LD), is given.

---

## DESCRIPTION OF DRAWINGS

---

### [Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] In the facet grown method to which crystal growth of the GaN is carried out while this invention person forms and maintains the pit which consists of facet surfaces on the surface proposed in JP,2001-102307,A. A facet is a perspective view for explaining that a rearrangement is swept and brought near by a facet ridgeline since it grows up for inner [ of a pit ] apart from an average growth direction. It is a perspective view showing that a facet surface grows for inner, rearrangements gather in a ridgeline, and (a) collects to a pit bottom. (b) is a perspective view explaining the surface state defect which spread radiately being formed in roppo since repulsive force strong between the rearrangements collected on the pit bottom arises.

[Drawing 2] In the facet grown method to which crystal growth of the GaN is carried out while this invention person forms and maintains the pit which consists of facet surfaces on the surface proposed in JP,2001-102307,A. A facet is a top view of the pit for explaining a rearrangement being swept and brought near by a facet ridgeline with growth, and concentrating on the multiplex point of a pit bottom further, since it grows up for inner [ of a pit ] apart from an average growth direction.

[Drawing 3] In the facet grown method to which crystal growth of the GaN is carried out while this invention person forms and maintains the pit which consists of facet surfaces on the surface proposed in JP,2001-102307,A. A facet is a sectional view of the pit for explaining forming longwise the aggregate bundle of the rearrangement which a



rearrangement is swept and brought near by a facet ridgeline with growth, concentrates on the multiplex point of a pit bottom further, and follows a bottom since it grows up for inner [ of a pit ] apart from an average growth direction. It is a sectional view explaining (1) forming the rearrangement bunch which a rearrangement concentrates to a pit bottom and is extended to a lengthwise direction with growth. (2) is a sectional view explaining there being nothing that is covered although the rearrangement bunch which a rearrangement concentrates to a pit bottom and is extended to a lengthwise direction with growth is formed, the rearrangement which was a rearrangement set open system, and once gathered since repulsive force strong to both rearrangements worked spreading in the circumference of rose \*\*\*\*\*, and diffusion of a MOYAMOYA-like rearrangement taking place.

[Drawing 4]while forming and maintaining on the surface the pit which consists of facet surfaces -- GaN -- \*\*\*\*\* length -- with growth, since a facet grows for inner [ of a pit ] in last facet grown method apart from an average growth direction. Since the space which formed longwise the closing defect collective region H which is an aggregate bundle of the closed rearrangement which a rearrangement is swept and brought near by a facet ridgeline, concentrates on the multiplex point of a pit bottom further, and follows a bottom, and closed it is made to concentrate a rearrangement. a rearrangement -- again -- rose \*\*\*\* -- the sectional view of the pit for explaining the outline of the growing method of the single crystal gallium nitride substrate of this invention that there are nothings. It is a sectional view explaining (1) making the closed closing defect collective region which a rearrangement concentrates to a pit bottom and is extended to a lengthwise direction with growth concentrate a rearrangement bunch. It is a sectional view explaining the closing defect collective region H always accompanying to a bottom, and (2) absorbing a rearrangement, although a pit bottom goes up with growth.

[Drawing 5]The figure showing the growing method of the single crystal gallium nitride substrate of this invention which arranges a seed, carries out facet growth of the GaN on it, forms the single crystal low dislocation company field Z in a pit bottom for the closing defect collective region H around it, and formed the single crystal low dislocation complementary field Y around it on the substratum substrate.

[Drawing 6]The top view showing the growing method of the single crystal gallium nitride substrate of this invention which arranges a seed, carries out facet growth of the GaN on it, forms the single crystal low dislocation company field Z in a pit bottom for the closing defect collective region H around it, and formed the single crystal low dislocation complementary field Y around it on the substratum substrate. It turns out that the seed is geometrically arranged regularly on a substratum substrate.

[Drawing 7] Arrange a seed on a substratum substrate, carry out facet growth of the GaN on it, and the single crystal low dislocation company field Z is formed in a pit bottom for the closing defect collective region H around it, The perspective view of the single crystal gallium nitride substrate of this invention which removed the substratum substrate and was made flat after growing up a crystal, as the single crystal low dislocation complementary field Y was formed [ surroundings / of it ].

[Drawing 8] The top view showing the growing method of the single crystal gallium nitride substrate of this invention which arranges a seed by a symmetry pattern 6 times, and grows up a crystal on a substratum substrate.

[Drawing 9] The top view showing the growing method of the single crystal gallium nitride substrate of this invention which arranges a seed by a symmetry pattern 4 times, and grows up a crystal on a substratum substrate.

[Drawing 10] The top view showing the growing method of the single crystal gallium nitride substrate of this invention which arranges a seed by a two-times symmetry pattern, and grows up a crystal on a substratum substrate.

[Drawing 11] Grow up a GaN epilayer on a substratum substrate, arrange a seed on it, carry out facet growth of the GaN, and the single crystal low dislocation company field Z is formed in a pit bottom for the closing defect collective region H around it, The figure showing the growing method of the single crystal gallium nitride substrate concerning Example 1 of this invention which removed the substratum substrate and the GaN epilayer and was made flat after growing up a crystal, as the single crystal low dislocation complementary field Y was formed [ surroundings / of it ].

[Drawing 12] Arrange a seed directly on a substratum substrate, carry out facet growth of the GaN, and the single crystal low dislocation company field Z is formed in a pit bottom for the closing defect collective region H around it, The figure showing the growing method of the single crystal gallium nitride substrate concerning Example 2 of this invention which removed the substratum substrate and was made flat after growing up a crystal, as the single crystal low dislocation complementary field Y was formed [ surroundings / of it ].

[Drawing 13] Grow up a GaN epilayer on different-species boards, such as sapphire, arrange on it the kind which are GaN particles, carry out facet growth of the GaN, and the single crystal low dislocation company field Z is formed in a pit bottom for the closing defect collective region H around it, The figure showing the growing method of the single crystal gallium nitride substrate concerning Example 4 of this invention which removed the sapphire substrate and the GaN epilayer and was made flat after growing up a crystal, as the single crystal low dislocation complementary field Y was

formed [ surroundings / of it ].

[Drawing 14] Grow up a GaN epilayer on different-species boards, such as sapphire, and a hole is made in a GaN epilayer by etching removal. On the hole, carry out facet growth of the GaN and the single crystal low dislocation company field Z is formed for the closing defect collective region H around it at a pit bottom. The figure showing the growing method of the single crystal gallium nitride substrate concerning Example 5 of this invention which removed the sapphire substrate and the GaN epilayer and was made flat after growing up a crystal, as the single crystal low dislocation complementary field Y was formed [ surroundings / of it ].

[Drawing 15] The GaN board created using the pattern A of Example 1 of this invention is used as a substratum substrate. Do not arrange a seed, but carry out facet growth of the GaN epilayer on it, and the closing defect collective region H is formed on the closing defect collective region H. On the single crystal low dislocation complementary field Y and the single crystal low dislocation company field Z, the single crystal low dislocation complementary field Y. The manufacturing process figure of the single crystal gallium nitride substrate concerning this invention example 6 which shows that slice machining of the thick GaN crystal in which one of the single crystal low dislocation company fields Z was formed is carried out, it is ground, and two or more GaN boards are obtained.

[Description of Notations]

H Closing defect collective region

Z Single crystal low dislocation company field

Y Single crystal low dislocation complementary field

2 GaN crystal

4 Pit

6 Facet

7 Flat face

8 Ridgeline

9 The growth direction for inner

10 Surface state defect

11 Line rearrangement set defective part

12 GaN crystal

14 Pit

15 Rearrangement aggregate bundle

17 Flat face

19 Unfilled space part

21 Substrate  
22 GaN crystal  
23 Seed  
24 Pit  
25 Closing defect collective region (H)  
26 Facet  
27 Flat face  
29 Pit bottom (shallow facet surface)  
30 Grain boundary (K)  
51 Substrate  
52 GaN crystal  
53 Seed  
54 Single crystal low dislocation company field (Z)  
55 Closing defect collective region (H)  
56 Facet  
57 Flat face  
58 Single crystal low dislocation complementary field (Y)  
59 Pit bottom (shallow facet surface)  
60 Grain boundary (K)  
61 Substrate  
62 GaN crystal  
63 Seed  
64 Single crystal low dislocation company field (Z)  
65 Closing defect collective region (H)  
66 Facet  
67 Flat face  
68 Single crystal low dislocation complementary field (Y)  
69 Pit bottom (shallow facet surface)  
70 Grain boundary (K)  
71 Substrate  
72 GaN crystal  
73 Seed (hole)  
74 Single crystal low dislocation company field (Z)  
75 Closing defect collective region (H)  
76 Facet  
77 Flat face

- 78 Single crystal low dislocation complementary field (Y)
- 79 Pit bottom (shallow facet surface)
- 80 Grain boundary (K)
- 84 Single crystal low dislocation company field (Z)
- 85 Closing defect collective region (H)
- 86 Facet
- 87 Flat face
- 88 Single crystal low dislocation complementary field (Y)
- 89 Pit bottom (shallow facet surface)
- 90 Grain boundary (K)